UNIVERSITE DE MONTPELLIER
FACULTE DE PHARMACIE N° 290

Etude de quelques colonnes à distiller

THÈSE

présentée et publiquement soutenue devant la Faculté de Pharmacie de Montpellier

Le 28 Novembre 1941

PAR

Yves RIVEMALE

Pharmacien Supérieur

Lauréat, Médaille d'Or

Ex-Préparateur délégué d'Analyse et de Toxicologie

à la Faculté de Pharmacie de Montpellier

Diplômé de Sérologie

de la Faculté de Médecine de Paris

POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

(Mention Pharmacie)

JURY : MM. JAULMES, Professeur, *Président.*
ASTRUC, Doyen, Professeur.
MOUSSERON, Professeur à la Faculté des Sciences. — *Assesseurs*

TUNIS
IMPRIMERIE SALIBA

1941

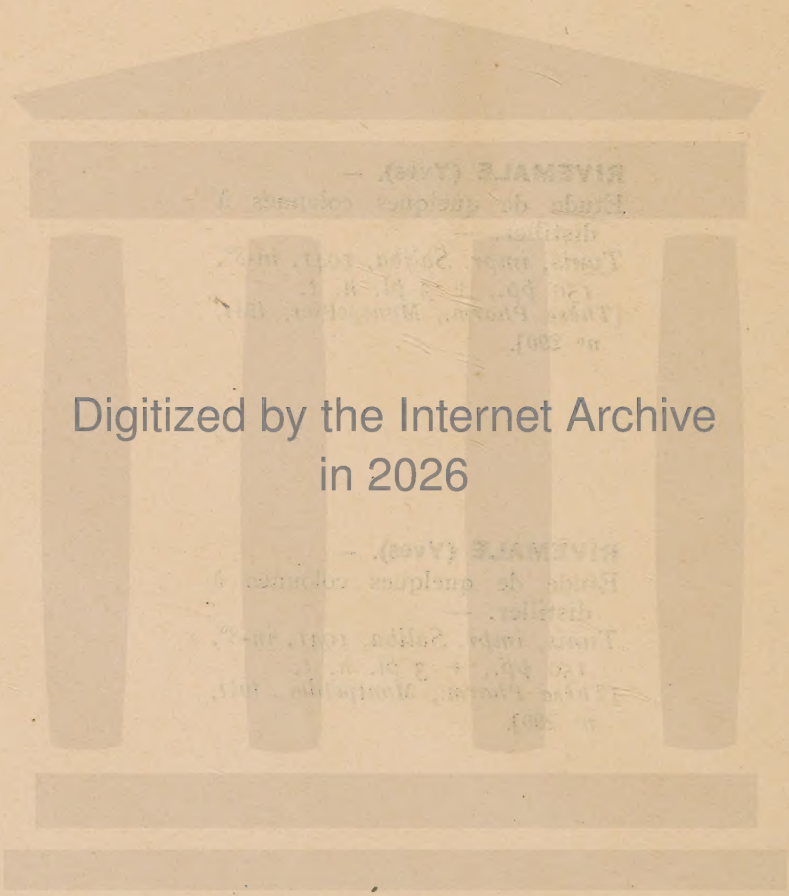
ETUDE DE QUELQUES COLONNES A DISTILLER

RIVEMALE (Yves). —
Etude de quelques colonnes à distiller. —
Tunis, impr. Saliba, 1941, in-8°, 150 pp., + 3 pl. h. t.
[*Thèse Pharm., Montpellier, 1941, n° 290*].

RIVEMALE (Yves). —
Etude de quelques colonnes à distiller. —
Tunis, impr. Saliba, 1941, in-8°, 150 pp., + 3 pl. h. t.
[*Thèse Pharm., Montpellier, 1941, n° 290*].

RIVEMALE (Yves). —
Etude de quelques colonnes à distiller. —
Tunis, impr. Saliba, 1941, in-8°, 150 pp., + 3 pl. h. t.
[*Thèse Pharm., Montpellier, 1941, n° 290*].

RIVEMALE (Yves). —
Etude de quelques colonnes à distiller. —
Tunis, impr. Saliba, 1941, in-8°, 150 pp., + 3 pl. h. t
[*Thèse Pharm., Montpellier, 1941, n° 290*].



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555627_0078

UNIVERSITE DE MONTPELLIER
FACULTE DE PHARMACIE

N° 290

Etude de quelques colonnes à distiller

THÈSE

présentée et publiquement soutenue devant la Faculté de Pharmacie de Montpellier

Le 28 Novembre 1941

PAR

Yves RIVEMALE

Pharmacien Supérieur

Lauréat, Médaille d'Or

Ex-Préparateur délégué d'Analyse et de Toxicologie
à la Faculté de Pharmacie de Montpellier

Diplômé de Sérologie
de la Faculté de Médecine de Paris

POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE
(Mention Pharmacie)

JURY : MM. JAULMES, Professeur, *Président.*
ASTRUC, Doyen, Professeur.
MOUSSERON, Professeur à la Faculté des Sciences. — *Assesseurs*

TUNIS
IMPRIMERIE SALIBA

1941

Faculté de Pharmacie de Montpellier

ADMINISTRATION

MM.	A. ASTRUC (O. ✻, I. P. ⁂)	**Doyen**
	FAUCON (O. ✻, I. P. ⁂, ⚜, C. ✠ G. O. ✠)	**Assesseur.**
	TOURETTE (I. P. ⁂)	**Secrétaire.**

PROFESSEURS

MM.	A. ASTRUC (O. ✻, I. P. ⁂)	**Pharmacie galénique et industrielle.**
	G. HOLLANDE (I. P. ⁂)	**Zoologie et microbiologie.**
	A. JUILLET (I. P. ⁂)	**Botanique et matière médicale.**
	FAUCON (O. ✻, I. P. ⁂, ⚜, C. ✠ G. O. ✠)	**Pharmacie chimique.**
	E. CANALS (I. P. ⁂)	**Physique.**
	P. JAULMES	**Analyse et Toxicologie.**
	R. DOLIQUE (A. ⁂)	**Chimie minérale.**
	R. GRANGER, chargé du Cours . .	**Chimie organique et chimie biologique.**

DOYEN HONORAIRE

M. G. MASSOL (✻, I. P. ⁂)

PROFESSEURS HONORAIRES

M. F. JADIN (O. ✻, I. P. ⁂)

Doyen honoraire de la Faculté de Pharmacie de Strasbourg.

M. MOUSSERON (A. ⁂)

Professeur à la Faculté des Sciences de Montpellier.

MAITRE DE CONFERENCES

M. J. GIROUX

CHARGES DE COURS COMPLEMENTAIRES

MM.	JUILLET (I. P. ⁂)	**Botanique.**
	FAUCON (O. ✻, I. P. ⁂, ⚜, C. ✠ G. O. ✠)	**Fonctions en chimie organique.**
	E. CANALS (I. P. ⁂)	**Hydrologie.**
	P. JAULMES	**Toxicologie.**
	R. DOLIQUE (A. ⁂)	**Chimie organique.**
	J. GIROUX	**Zoologie.**
	J. SUSPLUGAS	**Cryptogamie.**
	L. ASTRUC	**Législation pharmaceutique.**

CHEFS DES TRAVAUX PRATIQUES

MM.	L. FARRE (I. P. ⁂)	**Chimie et Pharmacie.**
	J. SUSPLUGAS	**Histoire naturelle.**
	P. CASTEL	**Chimie.**

NOTA. — La Faculté de Pharmacie n'accepte la responsabilité d'aucune des opinions émises par les candidats dans les Thèses ou Synthèses qui lui sont présentées.

R. UNIV. BIBLIOTHEEK LEIDEN

A LA MEMOIRE DE MON COUSIN

DOCTEUR A. G. ANTOINE (1910-1941)

MEDECIN DE L'ASSISTANCE ET DE LA SANTE PUBLIQUES

A MENZEL-TEMIME (TUNISIE)

Mort victime de son Devoir
et de son Dévouement

Médaille d'Or des Epidémies

Citation à l'Ordre de la Nation

« Le Gouvernement cite à l'ordre de la Nation:

Le Docteur ANTOINE (Albert-Georges), Médecin de la Santé Publique à Menzel-Temime (Tunisie) : jeune médecin d'une valeur professionnelle exceptionnelle.

A fait preuve dans les différents postes qui lui furent confiés d'un zèle et d'un dévouement incomparables; a su, dès sa libération du service militaire, à Ghardimaou, en 1936, puis à Menzel-Temime depuis 1938, dans une des régions les plus impaludées de la Tunisie, organiser, en dépit de la précarité des moyens, un centre médical de premier ordre. A obtenu le maximum de rendement de son personnel, qu'il galvanisait par son ardeur et son dévouement. A gagné la confiance des populations dans des conditions politiques particulièrement difficiles. A contracté le typhus au chevet de ses malades, en est mort le 7 mars 1941, après avoir continué à servir jusqu'à l'épuisement de ses forces. »

Fait à Vichy le 3 avril 1941,
Philippe PETAIN.
(Extr. du J. O. du 4 avril 1941)

« Ce n'était pas seulement un cousin pour moi, mais un frère et un ami. »

Y. R.

A MON MAITRE ET PRESIDENT DE THESE

MONSIEUR LE PROFESSEUR P. JAULMES

Professeur de Chimie Analytique et de Toxicologie
à la Faculté de Pharmacie

A MONSIEUR LE PROFESSEUR A. ASTRUC

Doyen de la Faculté de Pharmacie
Professeur de Pharmacie Galénique et industrielle
Correspondant national de l'Académie de Médecine
Officier de la Légion d'Honneur

A MONSIEUR LE PROFESSEUR M. MOUSSERON

Professeur de Chimie Organique
à la Faculté des Sciences
Directeur de l'Institut de Chimie

Y. R.

AVANT-PROPOS

Le travail que j'ai l'honneur de présenter a été commencé au mois de novembre 1937. Interrompu par la guerre et les difficultés de toutes sortes qui l'ont suivie, il n'a été repris qu'en octobre 1941. Les circonstances actuelles et les ressources très insuffisantes dont nous avons disposé récemment, restriction sur la consommation de l'énergie électrique et du gaz, manque de tubes et de fil de cuivre, rareté de la verrerie et des produits chimiques, nous ont empêché d'achever d'une façon qui nous aurait satisfait, les recherches entreprises il y a quatre ans. Nous pensons malgré tout que les résultats acquis par ces recherches, déjà anciennes, sont suffisamment intéressants et importants, pour pouvoir être publiés.

Au terme de mes études, ce m'est un devoir, agréable entre tous, de remercier tous les Maîtres dévoués et compétents, qui m'ont guidé et aidé de leurs conseils si précieux.

C'est à Monsieur le Professeur Jaulmes, mon Maître et Président de Thèse, que va mon premier hommage. Admis, grâce à lui, au laboratoire de chimie minérale, j'ai reçu, depuis, mille preuves de sa bienveillante sollicitude. Réalisant un de mes plus chers désirs, il m'appela comme préparateur, plus tard, au laboratoire d'Analyse et de Toxicologie, dont il était devenu le Maître éminent. Sa souriante bonté et sa haute compétence ont été pour moi le meilleur soutien et le meilleur guide dans des travaux parfois ardus. A ce Maître, dont la haute valeur scientifique n'a d'égale que la délicatesse et la bonté, j'exprime les sentiments de reconnaissance et de profonde gratitude que j'aurai toujours pour lui.

A Monsieur le Doyen Astruc, j'adresse mes sincères remerciements et l'assurance de mon profond respect, pour l'enseignement d'une si haute valeur que j'ai reçu de lui. Je n'oublierai jamais l'exemple précieux que donne à tous ce Maître éminent, sous la paternelle autorité duquel la Faculté de Pharmacie de Montpellier ne cesse d'accroître son rayonnement. Qu'il trouve ici l'expression de ma bien vive gratitude pour la sollicitude qu'il m'a toujours témoignée, et dont il vient, tout récemment encore, de me donner une nouvelle preuve.

Je tiens à remercier tout particulièrement Monsieur le Professeur Mousseron pour son brillant enseignement si justement apprécié de tous. Je lui dois une gratitude toute spéciale pour ses conseils éclairés et pour la bienveillante sympathie qu'il n'a cessé de me témoigner au cours de mes études.

Je veux dire, en finissant, toute l'émotion que j'éprouve au moment de quitter, définitivement cette fois, cette chère Faculté, où j'ai connu tant de satisfactions. A tous, Professeurs et camarades, qui m'ont prodigué enseignement, conseils et amitié, j'exprime, ici, mon immense gratitude.

Y. R.

INTRODUCTION

Utilité de la distillation fractionnée et avantage des colonnes rectificatrices.

Il est bien inutile de souligner l'importance pratique de la distillation fractionnée, soit comme procédé d'analyse immédiate, soit pour la préparation de produits chimiques ou la récupération des sous-produits.

En chimie analytique, cette opération physique est toujours utilisée comme procédé initial dans l'analyse d'un produit naturel, contenant des parties volatiles. En toxicologie, la distillation est employée pour l'extraction des toxiques volatils. Mais c'est surtout en chimie pure et principalement en chimie organique, que la distillation fractionnée est une opération dont l'importance a toujours été grande et qui devient de plus en plus utilisée au fur et à mesure des perfectionnements apportés à la confection des appareils à distiller, qui découlent eux-mêmes des progrès constants de la théorie. En effet, la synthèse ne fournit en chimie organique, que bien rarement, une espèce chimique unique. Le plus souvent on obtient plusieurs produits simultanément. Le problème de la séparation de ces produits et sous-produits est donc essentiel.

Lorsque les produits mélangés sont de volatilités très différentes et à plus forte raison lorsqu'il n'y en a qu'un de volatil, la séparation du mélange en ses constituants s'effectue par une vaporisation simple, suivie d'une condensation dans un réfrigérant. L'appareil est alors des plus réduits et la technique des plus simples :

il suffit d'une cornue ou d'un ballon tubulé de BERTHELOT accouplé à un réfrigérant.

Mais le plus souvent, le chimiste a affaire à un mélange de produits de volatilités du même ordre, qui se vaporisent simultanément, quoique à des degrés divers. Si bien que par distillation simple on arrive à partager le produit initial en plusieurs fractions de compositions différentes mais dont aucune n'est constituée par un produit pur. On est obligé alors de reprendre chacune de ces fractions, de les redistiller un certain nombre de fois selon des modalités diverses : redistillation totale, redistillation habituelle redistillation rationnelle ou redistillation en cascade dont on trouvera un exposé dans la thèse de M. O. MILLER [1]. Mais de telles techniques ne cessent d'être extrêmement laborieuses et entraînent des pertes considérables malgré tout le soin qu'on peut y apporter.

Aussi, depuis longtemps, les chercheurs se sont-ils préoccupés de trouver un dispositif qui permette d'enrichir la vapeur en constituants les plus volatils, en faisant refluer vers la chaudière les produits les plus lourds. Ce désir a amené la création dans l'industrie de très grands appareils appelés colonnes à plateaux, et dans les laboratoires sont apparues les « colonnes à distiller ».

Dans ces appareils de laboratoire, tout comme dans les colonnes industrielles, on condense partiellement la vapeur qui s'élève et on utilise le liquide ainsi produit pour laver la vapeur ascendante et la débarrasser de ses parties les moins volatiles, en même temps que le liquide se trouve ainsi débarrassé de ses parties les plus légères. L'avantage de ces appareils se conçoit immédiatement, puisque par ce lavage méthodique on enrichit la vapeur en produits volatils et on l'appauvrit en produits lourds. De sorte qu'une seule manipulation équivaut à plusieurs distillations simples successives. En dehors de l'économie de travail et de chaleur, il faut noter une diminution très appréciable des pertes. C'est surtout depuis une vingtaine d'années, que de nombreux travaux de laboratoire ont amené de très grands progrès dans la théorie de ces appareils et, par contre-coup, ont suscité d'importants perfectionnements dans la construction des colonnes et dans la technique de leur utilisation. Ces progrès sont

tels, qu'actuellement, les organiciens préfèrent ne plus utiliser les anciens procédés de séparation des produits par combinaisons et cristallisations fractionnées et se contentent d'une rectification méthodique dans un appareil suffisamment puissant. Bien plus, par l'emploi d'appareils modernes, il est actuellement possible de séparer des isomères stéréochimiques [redacted]. La séparation des isotopes a également été envisagée; elle est théoriquement possible et si jusqu'à présent les essais n'ont donné que des résultats partiels et pratiquement insuffisants, c'est que les colonnes actuelles n'ont pas encore l'efficacité considérable que nécessitent ces séparations excessivement difficiles.

Aussi, de nouveaux travaux ne paraissent pas inutiles et il suffit de lire des revues telles que « Industrial and Engineering Chemistry », pour se rendre compte que les chercheurs se préoccupent toujours d'apporter des perfectionnements à ces appareils, ou même de trouver de nouveaux appareils plus efficaces que les précédents. Cela montre bien que nous sommes encore loin de la perfection dans ce domaine.

Efficacité des colonnes.

La première condition pour pouvoir effectuer de telles recherches est de posséder une méthode permettant de mesurer l'efficacité de ces appareils.

a) L'efficacité d'une colonne est en rapport direct avec sa complexité interne; elle sera d'autant plus grande que le lavage de la vapeur ascendante par le liquide descendant se fera d'une façon plus complète et plus méthodique. Une colonne fortement efficace serait une colonne à plateaux très nombreux, dans chaque plateau de laquelle, la vapeur se mettrait en équilibre avec le liquide dans lequel elle barbote. Etant donné que pratiquement on ne peut mettre qu'un nombre fini de plateaux, mais que l'on peut espérer rendre le barbotage entre liquide et vapeur aussi parfait qu'on le voudrait, on conçoit très bien que l'on puisse établir des colonnes à plateaux ayant 2, 3, 4, 5..... n plateaux, comme dans l'industrie ces appareils sont réalisés. Pratiquement, une colonne à rectifier qui ne comporte pas de plateaux, ainsi que celles qui en compor-

tent, mais dans lesquelles l'efficacité du barbotage de la vapeur dans le liquide n'est pas parfaite, pourra être assimilée à une colonne à plateaux parfaits d'un nombre déterminé. On conçoit donc au premier abord qu'il soit possible de chiffrer l'efficacité d'une colonne à rectifier donnée, par le nombre de plateaux parfaits (ou théoriques) auquel elle équivaut. Cette façon de représenter l'efficacité de ces appareils, que le bon sens appelle, se trouve justifiée par la théorie et nous prouverons que l'expérience la confirme pleinement.

b) Efficacité spécifique. — Deux colonnes correspondant au même nombre de plateaux théoriques, donc équivalentes au point de vue de l'efficacité, ne sont pourtant pas nécessairement identiques comme valeur et on donnera toujours la préférence à la moins haute, car la hauteur dont un chimiste dispose dans son laboratoire est nécessairement limitée. D'autre part, une colonne haute dissipe sur ses parois une plus grande quantité de chaleur, ce qui est un défaut, non seulement au point de vue économique, mais encore au point de vue pratique, puisque les pertes de chaleur obligeront à des débits de vapeur considérables dans la partie inférieure ou compliqueront la question du calorifugeage. Ainsi, ce qu'il est intéressant de connaître dans un appareil, c'est la *hauteur nécessaire pour obtenir une efficacité d'un plateau théorique*.

c) Volume de liquide retenu par la colonne. — Toutefois, une autre considération doit intervenir pour l'efficacité d'une colonne, c'est la quantité de liquide retenue dans cette colonne.

Si le volume liquide que l'on a à séparer est extrêmement grand, cette considération n'a aucun intérêt, mais elle est d'autant plus primordiale que la quantité de liquide sur laquelle porte la rectification est plus faible. Cela se conçoit très bien. C'est un cas d'ailleurs très fréquent en chimie organique. Il convient donc de noter le volume liquide retenu par plateau théorique. Une colonne sera d'autant meilleure que ce volume liquide sera plus réduit.

d) Vitesse maxima d'utilisation. — Par contre, il y a intérêt, par économie de temps, à distiller vite. Or, à partir d'une certaine vitesse de distillation, la colonne s'engorge. La vitesse ma-

xima de distillation dans un appareil donné est donc une caractéristique utile à connaître et à noter.

Nous avons donc trois facteurs qui caractérisent bien l'efficacité d'une colonne et conditionnent son emploi dans la pratique, à savoir :

1° la hauteur d'un segment de colonne équivalente à un plateau théorique;

2° le volume liquide retenu par ce segment de colonne;

3° la vitesse maxima de passage de la vapeur dans cet appareil.

e) Détails pratiques de construction. — On pourrait également faire intervenir dans la construction d'une colonne à distiller les considérations pratiques de facilité de construction et de prix de revient, de résistance chimique de l'appareillage à la corrosion par les produits qui la traverseront. Mais ces considérations n'ont rien de commun avec la théorie de la distillation et doivent constituer une étude spéciale et distincte.

Degré de séparation obtenu durant une distillation.

Un appareil étant donné, son rendement variera avec la manière dont nous l'emploierons. Si nous ne faisons refluer qu'une petite quantité de produit, les vapeurs seront mal lavées, donc insuffisamment épurées; au contraire, avec un très fort reflux, le lavage des vapeurs sera très poussé, elles seront donc bien épuisées.

Ainsi, avec un même appareil, on pourra bien ou mal séparer les constituants d'un mélange. On comprend alors combien sont insuffisants et illogiques les coefficients d'efficacité des colonnes à distiller proposés par un grand nombre d'auteurs : Robert [2], Schmitt [3], Miller [4], Dufton [5], etc... Ces coefficients sont des coefficients mesurant le degré de séparation obtenu dans une distillation, mais ne caractérisant pas l'efficacité de la colonne elle-même. Nous n'insistons pas sur cette remarque, pourtant très importante, car M. Jaulmes [6] a bien montré l'importance de cette distinction, et renvoyons le lecteur au mémoire de cet auteur.

L'expérience confirme pleinement la nécessité de cette distinction que le bon sens impose et il est singulier de constater que les meilleurs auteurs n'ont pas cru devoir faire intervenir dans leurs études, par ailleurs très documentées, cette distinction entre le degré de séparation obtenu dans une distillation et l'efficacité propre de l'appareil. Dans l'important et récent travail (1939), auquel nous faisons allusion, qui occupe plus de cent pages d'une importante revue chimique d'un pays voisin, pas un seul instant l'auteur n'a cru bon de mesurer le taux de reflux. Cela ne diminue certes pas la valeur de cet excellent et important travail, mais en amoindrit la portée et la généralité.

Mesure de l'efficacité d'une colonne en partant des résultats expérimentaux d'une distillation donnée.

Lorsque nous distillons à l'aide d'une colonne rectificatrice un mélange de deux composés volatils, nous pouvons facilement mesurer par un procédé ou par un autre le degré de séparation des constituants.

Avec Robert [2], nous partons d'un mélange à parties égales de benzène et de toluène, nous distillons la moitié de ce mélange et nous calculons le rapport de la quantité de benzène diminuée de la quantité de toluène contenue dans ce distillat à la quantité initiale et totale de benzène.

Avec Schmitt [3], partant d'un mélange naturel de pentane et d'heptane de pétroles, nous calculons le coefficient moyen d'efficacité en faisant le rapport entre la différence des températures extrêmes et la différence moyenne des températures d'ébullition commençantes et finissantes de chaque fraction.

Avec Miller [7], nous calculons l'énergie libre de l'ensemble des fractions recueillies, diminuée de l'énergie libre du mélange initial. Cette différence est divisée par la différence entre l'énergie libre des deux constituants complètement séparés et l'énergie libre du mélange initial. Le degré de séparation Σ ainsi défini, est nul lorsqu'il n'y a pas de séparation, et égal à 1 lorsque la séparation est totale. Malgré sa complexité, cette expression du degré de séparation a l'avantage d'être indépendante de la nature chimique

et de la composition du mélange utilisé dans l'essai de la colonne. Elle caractérise donc l'efficacité d'une colonne dans des conditions d'emploi données, mais ne caractérise pas l'efficacité propre, intrinsèque d'une colonne.

Nous ne citerons pas les autres procédés très nombreux, qui ont pu être proposés, afin de ne pas alourdir cet exposé.

Plus logique, nous a paru le procédé indiqué, dans sa thèse de Docteur en pharmacie, par M. JAULMES [8] et que cet auteur a exposé avec plus de précision dans le mémoire déjà cité [6].

Au lieu d'employer des mélanges d'hydrocarbures ou de carbures halogénés, utilisés par la plupart des chercheurs (substances choisies parce qu'elles ne donnent pas d'azéotropes, parce que l'on peut les obtenir à l'état de pureté et que l'on peut analyser leurs mélanges par un procédé physique simple, tel que l'indice de réfraction) M. JAULMES a proposé d'employer une solution diluée d'acide acétique dans l'eau (approximativement décinormale). Une telle solution est d'un prix de revient extrêmement bas et très facile à analyser (titrage à la soude en présence de phénolphtaléine), et surtout il y a un rapport constant entre la concentration de l'acide dans la vapeur et la concentration de l'acide dans le liquide (ce rapport a une valeur de 0,700 à la température de 100° C.). C'est donc un mélange assez difficile à séparer en ses constituants (il correspond thermodynamiquement au cas d'une solution idéale de deux substances dont les points d'ébullition diffèrent de 10° C. environ). Le fait que l'équilibre entre vapeur et liquide est régi par cette loi simple de la proportionnalité de concentration de l'acide dans la vapeur à l'acide dans le liquide, permet d'établir théoriquement, sans difficulté les équations représentant le fonctionnement des colonnes à 1, 2, 3, 4 ...n... ∞ plateaux théoriques, lorsqu'on fait fonctionner ces colonnes avec des taux de reflux variables. C'est ce qu'a fait M. JAULMES dans sa théorie très complète de ce cas particulier [9]. On peut alors comparer immédiatement l'expérience avec la théorie et déduire, sans aucune difficulté, des données d'une distillation, le nombre de plateaux théoriques mesurant l'efficacité intrinsèque de la colonne.

But de nos recherches.

Armés de ce procédé de mesure de l'efficacité d'une colonne, très satisfaisant au point de vue théorique, il nous a paru intéressant de comparer l'efficacité des principales colonnes les plus perfectionnées, actuellement en usage dans les laboratoires, complétant le travail expérimental déjà commencé par notre maître [6], permettant de classer ces appareils d'une façon beaucoup plus satisfaisante que ce qui a été fait jusqu'à ce jour. Forts de ces résultats, nous avons recherché et espéré trouver des modèles plus perfectionnés que ceux de nos devanciers. Remarquons, dès maintenant, que cette étude a été entreprise dans le but de trouver une colonne de laboratoire utilisable pour l'extraction des eaux lourdes, en suivant le plan de travail établi par M. Jaulmes en 1935 [9]. C'est pourquoi nous avons seulement travaillé sur les solutions *aqueuses*.

Il y a lieu de se demander si les mesures d'efficacité que nous avons effectuées sont valables dans le cas de l'emploi de ces appareils avec des solutions d'une autre nature : hydrocarbures, dérivés chlorés, alcools, etc...

Il semble bien — à priori — que le dispositif de colonne le plus efficace dans le cas de l'eau le sera à peu près pour tous les autres liquides; mais, qu'une *adaptation* en doive être faite aux cas des substances que l'on doit distiller : tension superficielle, viscosité et densité des liquides et de la vapeur doivent intervenir dans cette *adaptation*, un liquide visqueux devant avoir un passage plus large qu'un autre pour le passage de reflux. Lorsqu'on distille un produit à poids moléculaire élevé, donc de haute densité de vapeur, il n'est pas nécessaire de prévoir un passage pour la vapeur aussi large que pour un produit à poids moléculaire faible. Cette remarque est particulièrement importante, pour la transposition à la pratique de la chimie organique, des résultats de notre étude effectuée uniquement avec de l'eau. On pourra, d'office, réduire d'un façon importante le diamètre du chemin offert à la vapeur et des orifices des modèles que nous avons décrits et utilisés. Toutefois, si c'est sous pression réduite, que l'on veut distiller ces produits organiques, cette réduction

devra être évitée, et il faudrait au contraire élargir le diamètre des orifices offerts à la vapeur. Le cas des solutions aqueuses se trouve donc être le cas moyen et le plus général.

CHAPITRE PREMIER

METHODE DE TRAVAIL

Etablissement du réseau de courbes théoriques.

Rapportons tout d'abord le calcul théorique qui permet d'évaluer le degré de séparation obtenu dans une colonne à plateaux, au bas de laquelle nous faisons arriver de la vapeur d'eau chargée de petites quantités d'acide acétique et au sommet de laquelle nous condensons toute la vapeur, en en faisant refluer une partie.

Appelons x_o la concentration de l'acide acétique dans la vapeur *entrant* au bas de la colonne, x_s la concentration du même acide dans la vapeur *sortant* du sommet de la colonne. Le taux d'épuration sera donc $K = \frac{x_s}{x_o}$. On peut aussi appeler ce rapport, le taux d'efficacité de la séparation.

Appelons t le taux de reflux, ou rapport entre la masse de vapeur entrant dans la colonne et la masse de vapeur qui s'y condense et qui reflue. Appelons χ le rapport constant qui existe entre la concentration de l'acide dans la vapeur et la concentra-

tion de l'acide dans le liquide (dans le cas de l'acide acétique, ce rapport est égal à 0,700).

Etablissons maintenant, comme M. JAULMES [9], la relation qui relie $\frac{x_s}{x_e}$, t, χ avec le nombre p de plateaux théoriques dont nous supposons constituée notre colonne. La vapeur étant diluée en corps volatils dissous et la colonne étant supposée isolée thermiquement de l'extérieur, nous pouvons admettre, sans grave erreur, que chaque plateau théorique travaille sur des quantités de vapeur et de liquide identiques, donc que chaque plateau reçoit et rend m gr de vapeur et M gr de liquide [9].

Soient x_n, X_n les concentrations du corps dissous dans la vapeur et le liquide qui s'échappent du n^{me} plateau. En supposant que la construction du plateau réalise l'équilibre entre la vapeur et le liquide par un barbotage suffisant, nous pouvons écrire que :

$$x_n = \chi X_n \qquad (1)$$

Ecrivons d'autre part que le corps dissous ne s'accumule dans aucun plateau. Le n^{me} plateau reçoit :

$$mx_n - 1 + MX_n + 1$$

et renvoie :

$$mx_n + MX_n ;$$

ces quantités sont égales :

$$mx_n - 1 + MX_n + 1 = mx_n + MX_n \qquad (2)$$

La vapeur qui s'échappe au haut de la colonne (donc du p^{me} plateau) est condensée en totalité et partagée en deux parts : la masse m—M qui « coule » au dehors et la masse M qui reflue,

$$(\text{ici } x_p = x_s).$$

L'équation relative à ce p^{me} plateau est donc :

$$mx_p - 1 + Mx_p = mx_p + MX_p \qquad (3)$$

On a en tout un système de $2p$ équation à $2p$ inconnues, le problème est donc entièrement déterminé.

$$(4)\quad \left|\begin{array}{l} mx_0 + MX_2 = mx_1 + MX_1 \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ mx_n - 1 + MX_n + 1 = mx_n + MX_n \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ mx_p - 1 + Mx_p = mx_p + MX_p \end{array}\right| \qquad (5)\quad \left|\begin{array}{l} x_1 = \chi X_1 \\ \cdots\cdots\cdots\cdots \\ x_n = \chi X_n \\ \cdots\cdots\cdots\cdots \\ x_p = \chi X_p \end{array}\right|$$

Je divise les deux membres des p équations (4) par m et je remplace M/m par t et X_n par $\dfrac{x_n}{\chi}$.

$$(6)\quad \left|\begin{array}{l} x_0 - x_1 = \dfrac{t}{\chi}(x_2 - x_1) \text{ (1er plateau à partir du bas).} \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ x_n - 1 - x_n = \dfrac{t}{\chi}(x_n + 1 - x_n) \text{ (n^{me} plateau).} \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ x_p - 1 = \dfrac{\chi + t - \chi t}{\chi} x_p \text{ (p^{me} plateau).} \end{array}\right.$$

Il faut trouver la relation qui existe entre p, x_0, t, χ et p. Il est plus simple de calculer x_0 en fonction de x_p.

La n^{me} équation du système (6) montre que la différence des compositions des vapeurs reçue et émise par le n^{me} plateau est égale à la différence des compositions des vapeurs reçue et émise par le plateau immédiatement supérieur multipliée par un facteur constant t/χ. La suite de ces différences forme une progression géométrique de raison t/χ, de p termes et dont le premier terme est :

$$x_p - 1 - x_p = \frac{t}{\chi}(1 - \chi)\, x_p$$

Nous aurons donc x_0 en ajoutant à x_p la somme S des p termes de la dite progression géométrique :

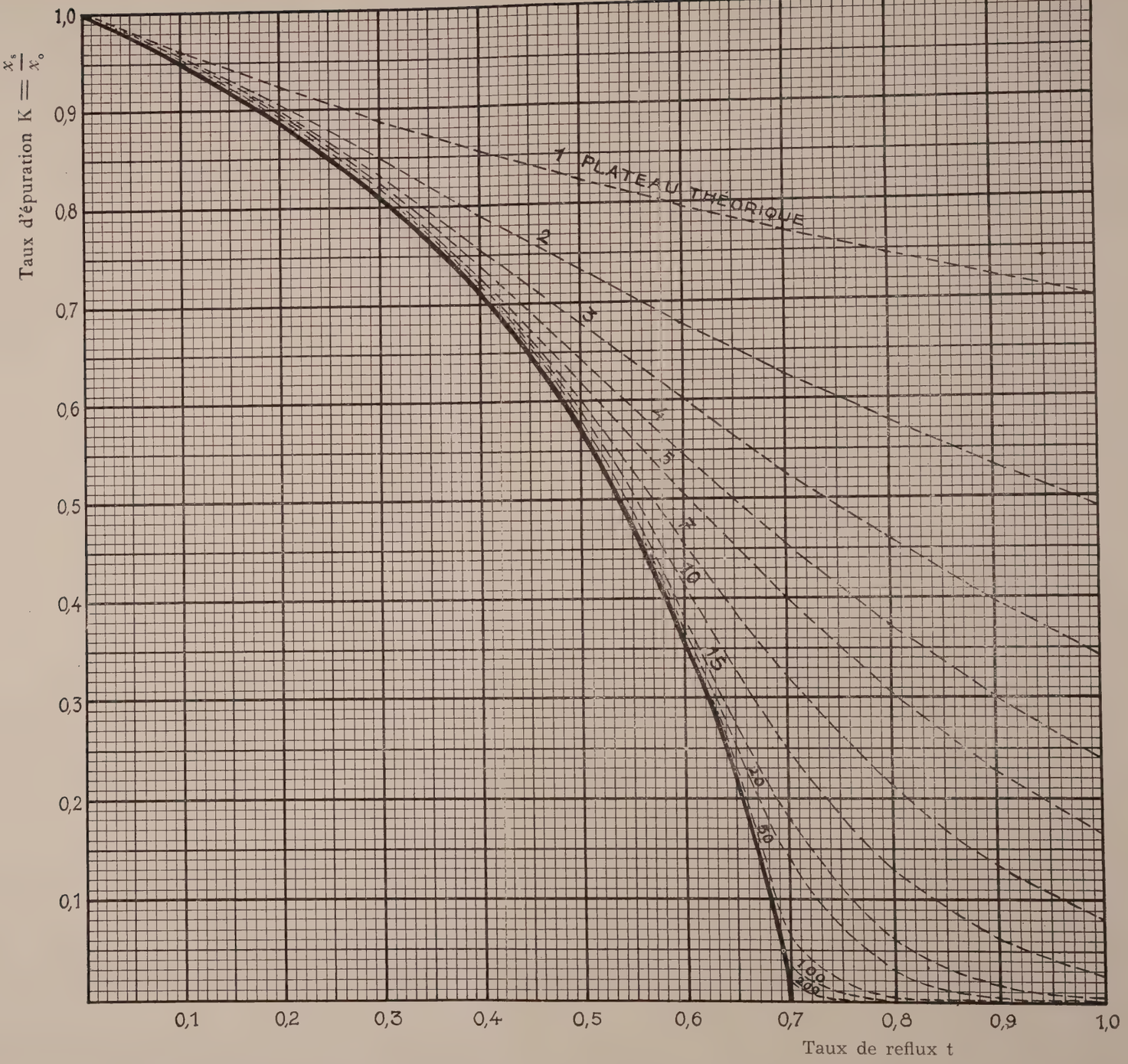
$$x_o = x_p + S$$

$$x_o = x_p \left[1 + \frac{\dfrac{t\,(1-\chi)}{\chi}\left[\left(\dfrac{t}{\chi}\right)^p - 1\right]}{\dfrac{t}{\chi} - 1} \right] \text{ et comme } x_p = x_s$$

$$\frac{x_o}{x_s} = \frac{t - \chi + t\,(1-\chi)\left[\left(\dfrac{t}{\chi}\right)^p - 1\right]}{t - \chi} \qquad (7)$$

Cette équation fondamentale permet de calculer le réseau de courbes théoriques représentant le fonctionnement d'une colonne rectificatrice de 1 à une infinité de plateaux théoriques lorsqu'on y distille une solution aqueuse diluée d'acide acétique.

Tableau I. — Tableau des taux d'épurations théoriques
(Voir page 23)



Taux d'épuration K = rapport entre les titres (en acide) à la sortie et à l'entrée de la colonne.

Taux de reflux t = rapport entre le poids de liquide condensé dans la colonne et le poids de vapeur totale entrant dans la colonne.

RESEAU I : Courbes théoriques

TABLEAU I. — Tableau des taux d'épurations théoriques $K = \frac{x_s}{x_e}$ (selon M. JAULMES [9])

Plateaux	1	2	3	4	5	7	10	15	20	50	100	200	∞
t=0,1	0,960												
0,2	0,922												
0,3	0,887												
0,4	0,855	0,790	0,755	0,738	0,727	0,718	0,716	0,715	0,714	0,714	0,714	0,714	0,714
0,5	0,824												
0,6	0,796	0,678	0,601	0,548	0,509	0,457	0,414	0,382	0,369	0,358	0,357	0,357	0,357
0,7	0,770	0,625	0,527	0,455	0,400	0,323	0,250	0,182	0,143	0,062	0,032	0,016	0,000
0,8	0,745	0,579	0,460	0,373	0,307	0,214	0,130	0,061	0,030	0,0005	0,000	0,000	0,000
0,9	0,722	0,532	0,398	0,300	0,228	0,134	0,061	0,017	0,005	0,000	0,000	0,000	0,000
1,0	0,700	0,490	0,343	0,240	0,168	0,0824	0,028	0,005	0,0008	0,000	0,000	0,000	0,000

Réseau I. — Courbes théoriques de 1 à ∞ plateaux théoriques (selon M. JAULMES [9]) — (Voir planche hors texte).

PRINCIPE DE LA MÉTHODE EXPÉRIMENTALE.

La colonne à étudier est alimentée par le bas, en vapeur d'eau acétique. Au sommet de la colonne, la vapeur qui s'échappe est condensée totalement dans un réfrigérant et le liquide ainsi produit est divisé en deux parts : l'une qui reflue, l'autre qui est recueillie pour être pesée et analysée.

La somme des poids de ces deux fractions égale le poids de vapeur qui a été introduit dans l'appareil dans un temps donné. Le rapport du poids de liquide recueilli au bas de la colonne à la somme des poids n'est autre que le taux de reflux t.

x_o est calculé facilement en ajoutant les quantités d'acide acétique recueillies dans les deux fractions et titrées et, en divisant cette somme par la somme des poids des deux fractions déjà déterminées.

x_s n'est autre que la concentration de la vapeur acétique recueillie au haut de la colonne.

Calculons $\frac{x_s}{x_o}$ et nous reportant au réseau de courbes théoriques établi ci-dessus, nous voyons où se place le point figuratif représentant $\frac{x_s}{x_o}$ pour le taux de reflux t utilisé.

Faisons varier dans une série d'expériences successives le taux de reflux. Nous déterminons la courbe pratique représentant les variations de $\frac{x_s}{x_o}$ lorsque t varie. La place qu'occupe cette courbe au milieu du réseau de courbes théoriques nous donne par simple examen, avec une interpolation si c'est nécessaire, le nombre de plateaux théoriques équivalents à la colonne donnée.

Une telle façon de faire a été justifiée par M. JAULMES [6] puisqu'il a montré que la nature de l'acide dissous ne modifie pas

l'efficacité de la colonne ainsi mesurée, que la concentration de l'acide n'a également pas d'influence sur le résultat et que, de plus, en superposant deux colonnes d'efficacité donnée, on obtenait bien à peu près l'additivité d'efficacités chiffrées par le nombre équivalent de plateaux. Ce dernier point a d'ailleurs été confirmé par nous-même (voir plus bas, page 135).

D'autre part, nous avons mesuré bien entendu les conditions accessoires dont nous avons signalé l'importance plus haut : hauteur de la colonne, quantité d'eau retenue dans la colonne et vitesse maxima de fonctionnement.

APPAREIL.

— Un ballon chaudière A, d'une capacité de 3 litres environ, contenant de l'acide acétique N/10 (à 6 gr. p. 1.000), obturé par un bouchon de liège percé de 2 trous permettant le passage de la vapeur dans la colonne à étudier C par l'intermédiaire d'un raccord B et l'adduction d'eau acétique à 4,2 p. 1.000 (c'est-à-dire dont la composition est égale à celle de la vapeur qui s'échappe du ballon) provenant d'une nourrice D. L'adduction est réglée par une pince à vis E. Cet aménagement permet de prolonger la distillation et de multiplier les fractionnements, en maintenant constants le volume et la richesse acétique du mélange contenu dans le ballon et par conséquent d'alimenter la colonne en vapeur de composition x_0 constante, quelque soit la durée de l'expérience.

— Un raccord B reliant le ballon à la colonne. Ce raccord est muni d'un petit siphon F permettant de séparer complètement le liquide d'avec la vapeur. Ce siphon a été le plus souvent remplacé par un robinet réglé de façon à ne laisser passer que le liquide condensé refluant de la colonne (sans mélange de vapeur).

— Un réfrigérant G assure le refroidissement du liquide ainsi séparé.

— La colonne à étudier C.

— Un diviseur de débit H à 2 robinets permettant un réglage du taux de reflux t.

— Un réfrigérant I surmontant le diviseur de débit et un réfrigérant J pour refroidir le liquide de coulage provenant de la vapeur déjà condensée en I.

Schéma de l'Appareil

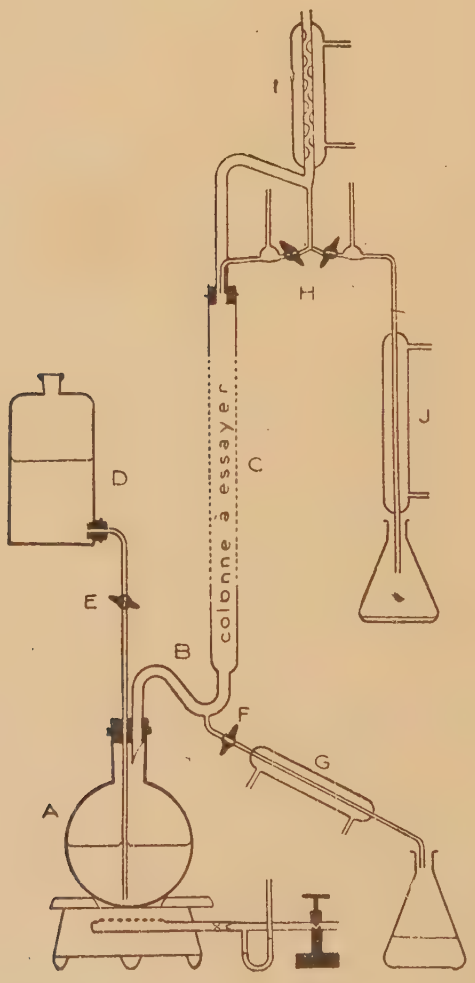


Fig. 1.

Diviseur de débit (système JAULMES [6]).

« Le diviseur de débit utilisé dans nos expériences permet d'alimenter sous la même pression deux orifices placés dans le même plan horizontal: le débit de chacun d'eux est variable avec cette pression, mais le rapport des débits est toujours le même; un des orifices communique avec le sommet de la colonne et l'autre est le tube de « coulage ». (Dans ce montage) on peut régler ce rapport par le jeu des robinets et on le mesure par les compte-gouttes qui les suivent... De tels diviseurs de débit permettent d'obtenir un taux de reflux élevé et constant même si la colonne est mal calorifugée... »

MARCHE DES EXPÉRIENCES ET CALCULS.

Monter la colonne à essayer. Introduire 2,5 litres environ de mélange acétique à 6 p. 1.000. Porter à l'ébullition et lorsque la distillation est amorcée, régler par le jeu des robinets du diviseur de débit le taux de reflux t. A l'aide du robinet F, branché à l'entré du réfrigérant G, assurer le bon fonctionnement de ce dispositif, en veillant au remplissage du tube qui précède F.

Le reflux étant réglé, laisser l'appareil fonctionner pendant une demi-heure environ, puis opérer des fractionnements successifs de durée variable. A chaque fractionnement, recueillir dans des erlenmeyers tarés et numérotés, la portion de liquide M refluant au bas de la colonne (réfrigérant G) et la portion de liquide « de coulage » m, provenant de la condensation de la vapeur au sommet de la colonne.

A chaque fractionnement, établir :

— la durée du fractionnement en minutes;

— les masses M + m, quantité de vapeur entrant dans la colonne;

— les titres en cm^3 de solution de soude normale (millimoles) correspondant aux masses M et m (dosage acidimétrique);

— les titres en acide acétique :

x_0 dans la vapeur entrant dans la colonne,

x_s dans la vapeur sortant de la colonne.

Ces titres se calculent en millimolécules (1 millimolécule correspondant à 1 cm^3 de solution normale d'acide acétique) et s'obtiennent en divisant le titre en cm^3 de solution de soude normale par le poids en grammes des masses correspondantes, et en multipliant le quotient obtenu par 1.000.

$$\frac{\text{molécule}}{1.000} \times \frac{\text{titre (cm NaOH N)}}{\text{poids gr.}} \times 1.000$$

$$\text{millimolécule} \times \frac{\text{titre}}{\text{poids gr.}} \times 1.000$$

— le taux d'épuration $K = \dfrac{x_s}{x_0}$;

— le taux de reflux $t = \dfrac{M}{M + m}$;

— la vitesse du fractionnement en grammes par minute, obtenue comme suit :

$$\frac{M + m}{\text{durée de la fraction en minutes}}$$

Pour un taux de reflux donné, faire ainsi plusieurs fractionnements. A chaque fractionnement correspondront un taux de reflux t et un taux d'épuration K. Faire la moyenne des résultats les plus rapprochés pour déterminer avec le minimum d'erreur la valeur du taux d'épuration K pour un taux de reflux t donné.

On obtient ainsi un point figuratif de la courbe d'efficacité de la colonne étudiée.

On procède alors à de nouvelles distillations sous d'autres taux de reflux, et à chaque expérience on ne manque pas d'effectuer plusieurs mesures pour les contrôler l'une par l'autre.

A chaque taux de reflux t correspond ainsi un nouveau taux d'épuration K, et avec les points figuratifs obtenus, on trace la courbe d'efficacité de la colonne (en abcisse, le taux de reflux $t = \dfrac{M}{M + m}$; en ordonnée, le taux d'épuration $K = \dfrac{x_s}{x_0}$).

D'une façon générale, nous avons essayé nos colonnes sous les taux de reflux *t* suivants : 10 %, 50 %, 80 %, 90 % et 98 %, nous permettant d'obtenir 5 points figuratifs de la courbe.

Vitesse de distillation.

Chaque fois que cela nous a été possible, nous avons essayé d'étudier le comportement des colonnes examinées, en fonction de la vitesse de distillation. Pour cela, il suffit de régler le gaz chauffant le ballon chaudière, à l'aide d'un robinet à pointeau sous pression constante.

Nous avons en tous cas recherché à partir de quelle vitesse de distillation la colonne commence à s'engorger, cette donnée constituant une caractéristique de la colonne.

Cette caractéristique, nous l'appelons « vitesse maxima de fonctionnement ». C'est la vitesse au-dessus de laquelle la colonne s'engorge et cesse donc d'être utilisable, l'engorgement étant dû à une surpression qui empêche le liquide de refluer vers le bas de la colonne.

Volume du liquide retenu dans la colonne.

Le volume liquide retenu dans la colonne peut se répartir de la façon suivante :

a) Volume liquide qui s'écoule de la colonne lorsqu'on arrête son fonctionnement, ou « eau suspendue », c'est-à-dire qui est maintenue en place seulement par l'action du courant de vapeur d'eau, exprimée en p cm^3;

b) Volume liquide qui reste par capillarité dans la colonne lorsqu'on arrête son fonctionnement, ou « eau de capillarité », exprimée en q cm^3; cette eau de capillarité a une valeur évidemment constante, caractéristique d'une colonne donnée; on l'évalue très facilement par différence de poids entre celui de la colonne mouillée et égouttée quelques minutes après l'arrêt de son fonctionnement et celui de la colonne sèche;

c) Eau totale, égale à la somme des précédentes : p + q cm^3.

Les résultats de ces mesures ont été rapportés pour chaque colonne, après chaque expérience, dans le texte qui suit et nous avons également rapporté dans nos tableaux de résultats l'efficacité spécifique, c'est-à-dire la hauteur en cm de 1 plateau théorique de la colonne envisagée.

CHAPITRE II

ETUDE DES COLONNES A HELICE

Cette étude comporte deux types de colonnes : dans les colonnes du type PODBIELNIAK, le matériel de remplissage est constitué par une simple hélice ou ressort à boudin en fil de cuivre ; dans les colonnes du type DUFTON-CRISMER, par une hélice en verre ou fil de cuivre montée sur un axe, que nous appelons dans la suite de notre exposé une âme interne.

Dans ce chapitre II nous avons évalué successivement l'efficacité des modèles originaux de PODBIELNIAK et de WIDMER, et les variations possibles du matériel de remplissage dans ces deux types de colonnes. Cette étude des variations possibles du matériel de remplissage nous a amené à construire de nouvelles colonnes, dont nous donnons les caractéristiques et les efficacités respectives.

Enfin, dans ce même chapitre, corrélactivement à l'étude de l'efficacité comparée des diverses colonnes issues des modèles originaux de PODBIELNIAK et de DUFTON-CRISMER, en fonction du matériel de remplissage, nous avons fait pour quelques-unes de ces colonnes, l'étude de l'efficacité en fonction de la vitesse de distillation et de l'inclinaison de la colonne.

Ainsi, le chapitre II comportera quatre sous-chapitres :

I. Colonne à hélice et ses variantes (type Podbielniak).

II. Colonne à hélice avec âme interne et ses variantes.

III. Etude de l'efficacité en fonction de la vitesse de distillation.

IV. Etude de l'efficacité en fonction de l'inclinaison de la colonne.

I. — Colonne à hélice et ses variantes (type PODBIELNIAK)

GENERALITES SUR LA COLONNE DE PODBIELNIAK

Principe de la colonne.

La vapeur à l'intérieur de la colonne de Podbielniak progresse de bas en haut par un mouvement hélicoïdal. Elle rencontre le liquide descendant, provenant de la condensation des parties les moins volatiles, animé d'un mouvement identique mais en sens inverse. Il en résulte des « tourbillons » assurant un contact intime entre vapeur et liquide. C'est de ce contact que dépend l'efficacité de la colonne. A priori, plus ce contact sera parfait, plus efficace séra la colonne.

Le mouvement hélicoïdal de la vapeur ascendante et du liquide descendant, principe fondamental de la colonne de Podbielniak, est assuré par un matériel de remplissage un peu spécial : hélice ou ressort à boudin en fil métallique, placée à frottement doux à l'intérieur d'un tube de verre.

Description des modèles originaux de Podbielniak [10].

On doit à cet auteur une étude très détaillée des colonnes de ce principe, cet auteur ayant étudié tout particulièrement cinq modèles différents. Le plus petit est un tube de 2,6 mm. de diamètre intérieur, contenant une hélice de fil métal monel de 0,37 mm. de diamètre, à raison de 3,12 tours par cm. Le deuxième est constitué par un tube de 3 mm. de diamètre intérieur, contenant une hélice du même fil à raison de 2,05 tours par cm. Ces tubes sont utilisés

pour les microdistillations. La colonne de distillation la plus courante est constituée par un tube de 3,8 cm. de diamètre contenant dans la partie inférieure une hélice faite avec un fil de 0,812 mm. de diamètre à raison de 2,76 tours par cm.; à la partie supérieure, nous trouvons une double hélice en même fil, l'hélice extérieure à raison de 2,76 tours par cm. et l'intérieure à raison de 1,57 tours par cm. D'autres modèles ont été étudiés, constitués par un tube de 6,4 mm. de diamètre intérieur, contenant à la partie inférieure du fil de 1,024 mm. de diamètre, à raison de 2,16 tours par cm.; à la partie médiane, une double hélice de même fil, l'extérieure à raison de 2,16 tours par cm., l'intérieure moins serrée à 1,77 tours par cm.; enfin à la partie supérieure, une hélice de fil plat (2,1 × 0,9 mm.) à raison de 2,36 tours par cm.

La cinquième colonne comprend en outre un empilement de chaînes fines de laiton (de tournebroche ?), le diamètre intérieur du tube étant de 7,8 mm.

De plus, PODBIELNIAK a étudié une colonne constituée par un empilement de chaînes fines de laiton (de tournebroche ?) surmonté d'un empilement de cylindres de verre (anneaux de RASCHIG) de 5 mm. de diamètre extérieur et de longueur, l'épaisseur des parois étant de 1,2 mm., tout ce matériel étant contenu dans un tube de 12,5 mm. de diamètre intérieur.

Dans ces 5 modèles de colonne, la hauteur reste constante et égale à 1,016 mètre.

Ce savant a étudié avec une admirable minutie l'influence de différents facteurs : durée totale de distillation, importance du volume liquide retenu par les colonnes, le reflux, l'isolation thermique de la colonne.

Au point de vue de la construction des appareils, on doit à PODBIELNIAK de très intéressants dispositifs de chaudière, des chemises calorifuges extrêmement actives et d'autres dispositifs expérimentaux bien étudiés. PODBIELNIAK a surtout travaillé sur des hydrocarbures provenant de pétroles et a ainsi dédoublé ces liquides naturels, excessivement complexes, en leurs nombreux constituants, depuis le gaz naturel jusqu'aux huiles lourdes.

Cette étude, bien que très fouillée, manque de portée générale, parce que l'efficacité n'a pas été exprimée d'une façon précise,

ce qui interdit toute comparaison de ce type de colonne avec les autres. Par exemple, le taux de reflux sous lequel l'auteur a travaillé n'a pas été indiqué avec netteté.

Il nous a donc semblé extrêmement intéressant de soumettre des appareils de ce type, si chaleureusement vantés par leur inventeur, à la mesure de leur efficacité, selon les principes énoncés plus haut et de chercher dans quelles conditions l'efficacité de ces appareils est la plus grande. Pour cela nous avons étudié onze modèles différents répondant au même principe.

Variations possibles du modèle original de Podbielniak.

Tout notre effort a porté sur la nature du matériel de remplissage préconisé par Podbielniak, matériel de remplissage que nous avons modifié, sans en changer le principe, en en faisant varier les caractéristiques suivantes : diamètre du fil de cuivre de l'hélice; nombre de spires de l'hélice; diamètre intérieur de la colonne, la longueur de l'élément de colonne restant toujours constante et égale à 121 cm. (nous avons adopté cette longueur qui est commune à tous les tubes de verre Pyrex vendus dans le commerce).

EXPERIENCES

MODELE A.

Description du modèle A et de son montage.

Un tube de verre muni d'une hélice en fil de cuivre interne et parfaitement en contact avec les parois du tube.

Fig. 2 : Modèle A Coupe en grandeur nature

Caractéristiques.

Longueur de la colonne.....	121 cm.
Diamètre intérieur de la colonne.....	8,2 mm.
hélice en fil de cuivre (inattaquable par la vapeur d'eau acétique). nombre de spires.....	244
diamètre du fil de cuivre.....	1,4 mm.
écart entre 2 spires....	3,5 mm.
(pas = écart + diamètre.....	4,9 mm.)

La colonne trouve sa place (en C) dans le montage décrit plus haut (cf. schéma de l'appareil, page 26). Signalons pour ce modèle, comme pour tous les modèles que nous avons étudiés dans notre thèse, l'absence du thermostat. Les colonnes n'ont pas été calorifugées dans nos essais.

Résultats des mesures.

1° Vitesse maxima de fonctionnement. C'est la vitesse au-dessus de laquelle la colonne s'engorge et cesse donc d'être utilisable, l'engorgement étant dû à une surpression qui empêche le liquide de refluer vers le bas de la colonne (*loc. cit.*, p. 29). Ici la vitesse maxima de fonctionnement est de 8 gr. 93 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Volume liquide qui s'écoule de la colonne lorsqu'on arrête son fonctionnement, ou « eau suspendue » exprimée en p cm^3 ; l'expérience montre que cette eau suspendue, c'est-à-dire qui est maintenue en place seulement par l'action du courant de vapeur d'eau (*loc. cit.*, p. 29), a une valeur qui croît avec le taux de reflux, ce qui n'a rien pour nous étonner. Par p nous entendons le volume d'eau suspendue sous reflux maximum :

taux de reflux	t	0,162	0,592	0,778	0,970
eau suspendue	p	1,5	7,75	7,95	8,25

donc ici

$$p = 8{,}25 \text{ cm}^3$$

b) Volume liquide qui reste par capillarité dans la colonne lorsqu'on arrête son fonctionnement, ou « eau de capillarité », exprimée par q; cette eau de capillarité a une valeur évidemment constante et caractéristique d'une colonne donnée; on l'évalue très facilement par différence de poids entre celui de la colonne mouillée et égouttée quelques minutes après l'arrêt de son fonctionnement et celui de la colonne sèche (*loc. cit.*, p. 29).

$$q = 2{,}5 \text{ cm}^3.$$

c) Volume liquide total ou eau totale

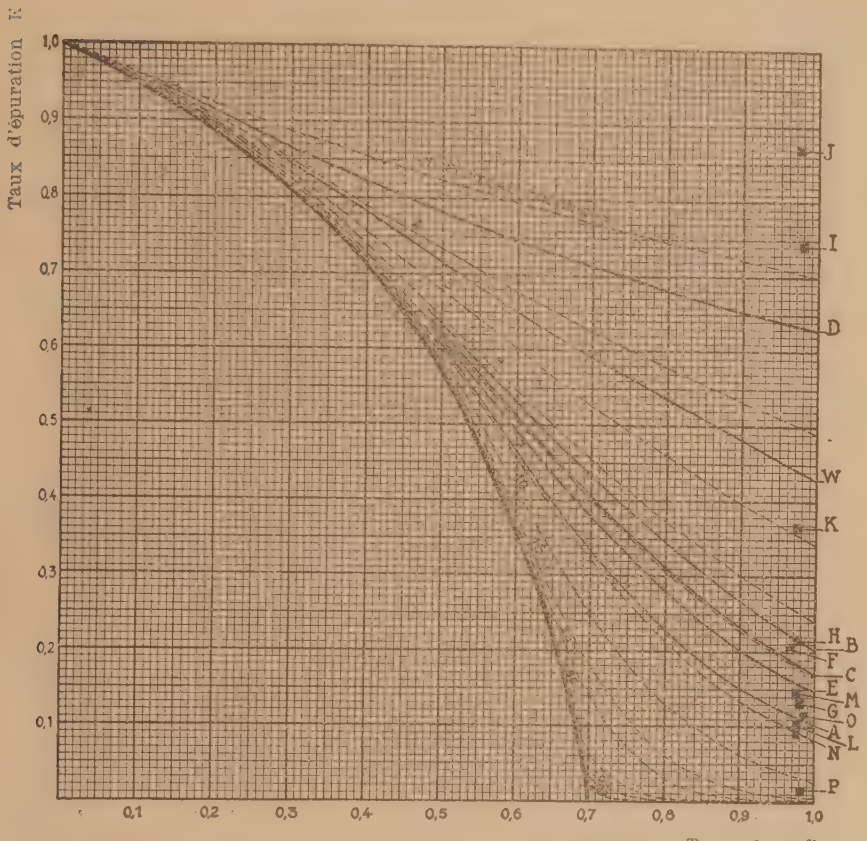
$$p + q = 8{,}25 + 2{,}5 = 10{,}75 \text{ cm}^3.$$

3° Courbe d'efficacité (variation du taux d'épuration en fonction du taux de reflux) pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 8 gr. 06 par minute) :

taux de reflux	t	0,600	0,780	0,900	0,970
taux d'épuration	k	0,462	0,244	0,150	0,115

Courbe : A; Réseau II.

4° **Conclusion** — *La colonne A vaut 6,7 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 121 cm., *un plateau théorique occupe* $\frac{121}{6{,}7} = 18$ *cm.*



RESEAU II. — Colonnes à hélice

Colonnes de *Podbielniak :* Modèles A B C D E F G H I J K

Colonnes à hélices avec âme interne : *Widmer* W
Modèles L M N O P

MODELE B.

Description du modèle B et de son montage.

Seule variante sur le modèle A : diamètre du fil de cuivre; montage identique (cf. modèle A, page 35).

Fig. 3 : Modèle B Coupe en grandeur nature

Caractéristiques.

Longueur de la colonne..... 121 cm.
Diamètre intérieur de la colonne..... 8,2 mm.

hélice en fil de cuivre.
- nombre de spires..... 244
- diamètre du fil de cuivre..... 2 mm.
- écart entre 2 spires.... 2,9 mm.
- (pas = écart + diamètre..... 4,9 mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 4 gr. 94 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,173	0,630	0,838	0,978
eau suspendue	p	0,85	3,35	4,88	5,05

$p = 5{,}05$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 4$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 9{,}05$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 4 gr. 33 par minute) :

taux de reflux	t	0,634	0,829	0,917	0,980
taux d'épuration	k	0,509	0,320	0,253	0,215

Courbe : B; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle B vaut 4,5 plateaux théoriques.* Sa longueur utile etant de 121 cm., *un plateau théorique occupe* $\frac{121}{4,5} = 26,9$ *cm.*

MODELE C.

Description du modèle C et de son montage.

Fig. 4 : Modèle C Coupe en grandeur nature

Seule variante sur le modèle B : l'écartement, donc le nombre de spires; montage identique (cf. modèle A, page 35).

Caractéristiques.

Longueur de la colonne.....	121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne.....	8,2	mm.
hélice en fil de cuivre. nombre de spires.....	122	
diamètre du fil de cuivre.....	2	mm.
écart entre 2 spires....	7,9	mm.
(pas = écart + diamètre.....	9,9	mm.)

Résultats des mesures.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 9 gr. 16 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,115	0,560	0,810	0,970
eau suspendue	p	1,95	2,10	2,20	3,15

p = 3,15 cm^3.

b) Eau de capillarité :

$$q = 2 \text{ cm}^3$$

c) Eau totale :

$$p + q = 5{,}15 \text{ cm}^3$$

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 8 gr. 57 par minute) :

taux de reflux	t	0,566	0,810	0,905	0,971
taux d'épuration	k	0,545	0,300	0,220	0,184

Courbe : C; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle C a une efficacité de 5 plateaux théoriques,* et une longueur utile de 121 cm., *chaque plateau théorique y occupe* $\frac{121}{5} = 24{,}2$ *cm.*

MODELE D.

DESCRIPTION DU MODÈLE D ET DE SON MONTAGE.

Seule variante sur les modèles B et C, l'écartement, donc le nombre de spires; montage identique (cf. modèle A, page 35).

Fig. 5 : Modèle D Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne		121 cm.
Diamètre intérieur de la colonne		8,2 mm.
hélice en fil de cuivre	nombre de spires	488
	diamètre du fil de cuivre	2 mm.
	écart entre 2 spires	0,5 mm.
	(pas = écart + diamètre	2,5 mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 4 gr. 82 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,182	0,595	0,848	0,971
eau suspendue	p	5,20	5,25	6,40	6,70

$p = 6{,}70$ cm³

b) Eau de capillarité :

$q = 1{,}50$ cm³

c) Eau totale :

$p + q = 8{,}20$ cm³

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 4 gr. 05 par minute) :

taux de reflux	t	0,182	0,595	0,855	0,971
taux d'épuration	k	0,918	0,745	0,664	0,635

Courbe : D; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle D ayant une efficacité de 1,4 plateaux théoriques* et une longueur utile de 121 cm., *un plateau théorique y occupe* $\frac{121}{1{,}4} = 86{,}4$ *cm.*

MODELE E.

DESCRIPTION DU MODÈLE E ET DE SON MONTAGE.

Seules variantes sur les modèles A, B, C, D : le diamètre intérieur de la colonne, le diamètre du fil de cuivre, l'écartement, donc le nombre de spires; montage identique (cf. modèle A, page 35).

Fig. 6 : Modèle E. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne..... 121 cm.
Diamètre intérieur de la colonne..... 12 mm.

hélice en fil de cuivre :
- nombre de spires..... 148
- diamètre du fil de cuivre..... 3,85 mm.
- écart entre 2 spires... 4,3 mm.
- (pas = écart + diamètre..... 8,15 mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 7 gr. 44 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,151	0,600	0,840	0,976
eau suspendue	p	2,45	4,10	4,40	5,85

p = 5,85 cm³

b) Eau de capillarité : non déterminée.

c) Eau totale : non déterminée.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 40 par minute) :

taux de reflux	t	0,600	0,840	0,910	0,976
taux d'épuration	k	0,495	0,245	0,195	0,158

Courbe : E; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle E ayant une efficacité de 5,6 plateaux théoriques* et une longueur utile de 121 cm., *chaque plateau théorique y occupe* $\frac{121}{5,6} = 21,6$ *cm.*

MODELE F.

Description du modèle F et de son montage.

Fig. 7 : Modèle F. Coupe en grandeur nature.

Seules variantes sur les modèles B, C, D, E, l'écartement, donc le nombre de spires; le montage reste identique (cf. modèle A, page 35).

Caractéristiques.

Longueur de la colonne	121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne	8,2	mm.
hélice en fil de cuivre : nombre de spires	80	
hélice en fil de cuivre : diamètre du fil de cuivre	2	mm.
hélice en fil de cuivre : écart entre 2 spires	13	mm.
hélice en fil de cuivre : (pas = écart + diamètre)	15	mm.)

Résultats des mesures.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 7 gr. 20 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,970
eau suspendue	p	7,40

$p = 7{,}40 \text{ cm}^3$

b) Eau de capillarité :

$q = 1 \text{ cm}^3$

c) Eau totale :

$p + q = 8{,}40 \text{ cm}^3$

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédia-

tement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 74 par minute) :

taux de reflux	t	0,966
taux d'épuration	k	0,206

Courbe : F; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle F ayant une efficacité de 4,7 plateaux théoriques* et une longueur utile de 121 cm., *chaque plateau théorique y occupe* $\frac{121}{4,7} = 25,7$ *cm.*

MODELE G.

DESCRIPTION DU MODÈLE G ET DE SON MONTAGE.

Seule variante sur les modèles B, C, D, F : l'écartement, donc le nombre de spires; montage identique (cf. modèle A, page 35).

Fig. 8 : Modèle G. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne	121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne	8,2	mm.
hélice en fil de cuivre : nombre de spires	178	
hélice en fil de cuivre : diamètre du fil de cuivre	2	mm.
hélice en fil de cuivre : écart entre 2 spires	4,8	mm.
hélice en fil de cuivre : (pas = écart + diamètre)	6,8	mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 6 gr. 27 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,980
eau suspendue	p	6,15

$p = 6{,}15 \text{ cm}^3$

b) Eau de capillarité :

$q = 4 \text{ cm}^3$

c) Eau totale :

$p + q = 10{,}15 \text{ cm}^3$

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 09 par minute) :

taux de reflux	t	0,979
taux d'épuration	k	0,131

Courbe : G; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle G ayant une efficacité de 6,1 plateaux théoriques* et une longueur utile de 121 cm., *chaque plateau théorique y occupe* $\frac{121}{6{,}1} = 19{,}8$ *cm.*

MODELE H.

DESCRIPTION DU MODÈLE H ET DE SON MONTAGE.

Seules variantes sur les modèles B, C, D, F, G : le diamètre

du fil de cuivre, l'écartement, donc le nombre de spires; le montage reste identique (cf. modèle A, page 35).

Fig. 9 : Modèle H. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne	121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne	8,2	mm.
hélice en fil de cuivre : nombre de spires	245	
hélice en fil de cuivre : diamètre du fil de cuivre	1,05	mm.
hélice en fil de cuivre : écart entre 2 spires	3,85	mm.
hélice en fil de cuivre : (pas = écart + diamètre	4,9	mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 11 gr. 33 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,976
eau suspendue p 7,50
p = 7,50 cm^3

b) Eau de capillarité :

q = 1 cm^3

c) Eau totale :

p + q = 8,50 cm^3

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 10 gr. 65 par minute) :

taux de reflux t 0,974
taux d'épuration k 0,212

Courbe : H; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle H ayant une efficacité de 4,6 plateaux théoriques* et une longueur utile de 121 cm., *chaque plateau théorique y occupe* $\frac{121}{4,6} = 26,3$ *cm.*.

MODELE I.

DESCRIPTION DU MODÈLE I ET DE SON MONTAGE.

Seules variantes sur le modèle H, le diamètre intérieur de la colonne, l'écartement, donc le nombre de spires, le nombre d'hélices; montage identique (cf. modèle A, pag 35).

Fig. 10 : Modèle I. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne.....	121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne.	15,6	mm.
3 hélices en fil de cuivre placées côte à côte : nombre de spires...	560	
diamètre du fil de cuivre.....	1,05	mm.
écart entre 2 spires.	1,1	mm.
(pas = écart + diamètre.....	2,15	mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 22 gr. 80 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0 980
eau suspendue	p	3,00

$p = 3{,}00 \text{ cm}^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 11 \text{ cm}^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 14 \text{ cm}^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse moyenne de fonctionnement 22 gr. 20 par minute) :

taux de reflux	t	0,980
taux d'épuration	k	0,740

Courbe : I; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle I ayant une efficacité inférieure à 1 plateau théorique* et une longueur utile de 121 cm., *un plateau théorique y occupe plus de* $\frac{121}{1} = 121$ *cm.*

MODELE J.

DESCRIPTION DU MODÈLE J ET DE SON MONTAGE.

Le modèle J se ramène a un simple tube Pyrex vide sans hélice.

Fig. 11 : Modèle J. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne..... 121 cm.
Diamètre intérieur de la colonne..... 12 mm.

Pas d'hélice.

Le montage reste toujours identique (cf. modèle A, page 35).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 22 gr. 30 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,976
eau suspendue	p	2,40
	p =	2,40 cm³

b) Eau de capillarité : non déterminée.

c) Eau totale : non déterminée.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 21 gr. 40 par minute) :

taux de reflux	t	0,976
taux d'épuration	k	0,867

Courbe : J; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle J a une efficacité pratiquement nulle.* L'inefficacité presque complète du modèle J prouve la nécessité absolue du matériel de remplissage. Un tube vide ne saurait convenir à une rectification.

MODELE K.

Description du modèle K et de son montage.

Seule variante sur le modèle G, le diamètre intérieur de la colonne. Le montage reste identique (cf. modèle A, page 35).

Fig. 12 : Modèle K. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne	121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne	12	mm.
hélice en fil de cuivre : nombre de spires	178	
hélice en fil de cuivre : diamètre du fil de cuivre	2	mm.
hélice en fil de cuivre : écart entre 2 spires	4,8	mm.
hélice en fil de cuivre : (pas = écart + diamètre)	6,8	mm.)

Résultats des mesures.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 11 gr. 60 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,975
eau suspendue	p	15,30

p = 15,30 cm³

b) Eau de capillarité : non déterminée.

c) Eau totale : non déterminée.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédia-

tement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 11 gr. 30 par minute) :

taux de reflux t . . 0,975
taux d'épuration k 0,366

Courbe : K; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle K ayant une efficacité de 2,9 plateaux théoriques* et une longueur utile de 121 cm., *chaque plateau théorique y occupe* $\frac{121}{2,9} = 41,7$ *cm.*

DISCUSSION DES RESULTATS

Dans le tableau II ci-après ont été consignées les caractéristiques des diverses colonnes A, B, C, D,... J, K, construites en partant du modèle initial de PODBIELNIAK, avec leurs vitesses maxima et leurs vitesses de fonctionnement, les volumes liquides retenus par un plateau théorique et la hauteur en centimètres d'un plateau théorique de chacune de ces colonnes. Cette hauteur traduit l'efficacité de la colonne, une colonne étant d'autant plus efficace, qu'un plateau théorique y occupe une longueur plus courte.

De l'examen de ce tableau découlent un certain nombre de faits :

1° *Nécessité d'un matériel de remplissage quelconque.* — C'est ce que prouve l'inefficacité quasi complète d'un simple tube Pyrex vide (modèle J).

2° *Ecart optimum entre les spires de l'hélice.* — Particulièrement intéressante est la comparaison des efficacités des colonnes F, C, G, B, D, entre lesquelles varient seulement l'écart entre les spires de leur hélice et par conséquent le nombre de leurs spires. L'efficacité spécifique augmente dès que cet espace diminue, puis décroît rapidement. Le minimum est aux alentours de l'écart de 5 mm. On conçoit d'ailleurs les raisons de ce phénomène. Des

TABLEAU II. — *Colonnes à hélice*

Résultats expérimentaux.

MODELES	CARACTERISTIQUES					VITESSES en gr. par minute		VOLUME LIQUIDE retenu dans la colonne par 1 plateau théorique sous reflux maximum			Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	Longueur en cm.	Diam. int. en m/m	Helice fil de cuivre			Maxima	de fonctionnement	Eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale	
			Nombre de spires	Diamètre fil de cuivre en m/m	Ecart entre 2 spires en m/m						
H	121	8,2	245	1,05	3,85	11,33	10,65	1,63	0,22	1,85	26,3
A	121	8,2	244	1,4	3,5	8,93	8,06	1,23	0,37	1,60	18
F	121	8,2	80	2	13	7,20	6,74	1,57	0,21	1,78	25,7
C	121	8,2	122	2	7,9	9,16	8,57	0,63	0,40	1,03	24,2
G	121	8,2	178	2	4,8	6,27	6,09	1,01	0,65	1,66	19,8
B	121	8,2	244	2	2,9	4,94	4,33	1,12	0,89	2,01	26,9
D	121	8,2	488	2	0,5	4,82	4,05	4,78	1,07	5,85	86,4
J	121	12	néant			22,30	21,40	> 2,4			> > 121 / > I
K	121	12	178	2	4,8	11,66	11,30	5,28			41,7
E	121	12	148	3,85	4,3	7,44	6,40	1,04			21,6
I	121	15,6	560	1,05	1,1	22,80	22,20	> 3	> 11	> 14	> 121

spires trop écartées et trop peu nombreuses, présentent une surface insuffisante, produisant un contact médicore entre vapeur et liquide. Au contraire, des spires trop serrées partagent la colonne en deux espaces : la partie périphérique, mal léchée par les vapeurs, parce que trop protégée par les spires; la partie centrale, parcourue par un courant direct, non tourbillonnant, de vapeur. En même temps d'ailleurs, le volume liquide retenu par un plateau théorique croît considérablement tandis que la vitesse maxima diminue. Une semblable conclusion serait obtenue en comparant les colonnes A, H et B qui possèdent le même nombre de spires dans le même tube, le diamètre du fil variant de 1,05 à 2 mm. L'efficacité passe là aussi par un maximum pour un fil de 1,4 mm. de diamètre, pour un écart de 3,5 mm. Cette colonne du modèle A apparaît comme la plus efficace de toutes celles que nous avons employées et répondant à ce type. Elle ne contient d'ailleurs qu'un volume liquide relativement faible (1 gr. 6 par plateau théorique), et elle permet une grande vitesse de passage de la vapeur (9 gr. par minute).

3° *Diamètre intérieur de la colonne.* — Les colonnes obtenues en employant des tubes plus larges contenant un fil beaucoup plus gros, n'ont pas donné de meilleurs résultats. Toutefois, le modèle E est intéressant, puisque un plateau théorique n'occupe que 21,6 cm.

Nous n'avons pas essayé de colonne d'un diamètre inférieur à 8,2 mm. car, dans le cas de notre étude, avec l'eau et sa vapeur, des colonnes de diamètre inférieur s'engorgent trop facilement, ce qui oblige à les faire fonctionner avec un débit pratiquement trop faible.

II. — Colonne à hélice avec âme interne et ses variantes

GENERALITES

C'est Dufton [11] qui proposa ce type de colonne et Crismer [12] en établit un modèle très connu, constitué par une âme

cylindrique de 5 mm. de diamètre, sur laquelle est enroulée une hélice de verre, le tout étant placé à frottement doux dans un tube de verre cylindrique.

MILLER [4] a étudié des colonnes de ce type à pas constant et à pas progressivement décroissant (âme de 10 mm. autour de laquelle est enroulée une baguette de 2,5 mm.; pas de l'hélice 10 mm.).

WIDMER [13] a perfectionné cette colonne, assurant son fonctionnement régulier, en l'entourant d'un double manchon où circule la vapeur du produit à distiller. Ainsi, toute condensation excessive est évitée, et les engorgements subséquents empêchés.

PRINCIPE DE LA COLONNE.

La vapeur ascendante et le liquide descendant dans la colonne de DUFTON-CRISMER sont animés, comme dans la colonne de PODBIELNIAK, de mouvements hélicoïdaux, inverses l'un de l'autre. Ces deux mouvements, compliqués par la présence d'une âme interne, servant en quelque sorte d'axe à hélice (qui reste le principe fondamental de toutes ces colonnes), provoquent des « tourbillons » et ces tourbillons assurent un contact intime entre vapeur et liquide.

L'âme interne, nouvelle caractéristique de la colonne DUFTON-CRISMER, oblige la vapeur à suivre intégralement un chemin sinueux le long de la colonne.

DESCRIPTION DU MODÈLE ORIGINAL DE WIDMER.

La colonne entièrement construite en verre possède une triple jaquette thermostatique : une jaquette thermostatique à air, complètement isolée de l'ensemble, et une double jaquette thermostatique calorifugée par la vapeur ascendante elle-même.

La structure fondamentale de cette colonne, dont nous donnons plus loin toutes les caractéristiques, repose sur une hélice en verre montée sur une âme interne également en verre.

VARIATIONS POSSIBLES DANS CE TYPE DE COLONNE.

Nous avons établi plusieurs modèles, tous reposant sur le même principe, à savoir, une hélice montée sur une âme interne.

Nous nous sommes attachés, dans cette étude, aux variations des caractéristiques suivantes : écart entre les spires de l'hélice; diamètre intérieur de la colonne; nature de l'âme interne; la longueur de l'élément de colonne étant fixée à 121 cm. pour des raisons d'économie (tous les tubes de verre Pyrex vendus dans le commerce ayant une longueur de 121 cm.).

C'est sur la nature de l'âme interne, que nous avons surtout insisté. Cette âme interne, excentrique ou centrique, nous l'avons réalisée avec divers matériaux : tube de verre, fil de cuivre, hélice en fil de cuivre montée sur un tube de verre.

Dans tous nos essais de modèles nouveaux, nous avons utilisé des hélices en fil de cuivre et non en verre, pour la commodité et la rapidité de la construction. Notons également, que tous nos modèles étaient dépourvus de jaquette thermostatique, afin de mieux voir l'intérieur de la colonne et son engorgement possible en cours de distillation.

EXPERIENCES

MODELE ORIGINAL DE WIDMER : MODELE W.

DESCRIPTION DU MODÈLE W ET DE SON MONTAGE.

Voici les caractéristiques du modèle original de WIDMER :

Caractéristiques.

Longueur totale de la colonne.....	50	cm.
Longueur utile de la colonne.....	25	cm.
Diamètre intérieur de la colonne.....	11	mm.

Fig. 13
Modèle W.
Coupe
en
grandeur
nature.

hélice en verre

nombre de spires.....	20
diamètre de la baguette de verre constituant l'hélice.....	2,4 mm.
écart entre 2 spires....	10 mm.
(pas = écart + diamètre.....	12,4 mm.)

Amè centrale en verre : diamètre..... 5 mm.

Cette colonne a été expérimentée sans diviseur de débit à son sommet, le reflux n'a été produit que par refroidissement par l'air sur la partie supérieure de la colonne.

Résultats des mesures.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 5 gr. 50 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue : non déterminée.

b) Eau de capillarité :

$$q = 2 \text{ cm}^3$$

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 3 gr. 71 par minute) :

taux de reflux	t	0,258	0,415	0,435
taux d'épuration	k	0,870	0,770	0,760

Courbe : W; Réseau II.

4° **Conclusion** — *La colonne de Widmer, modèle original, a*

une efficacité de 2,3 plateaux théoriques. Sa longueur utile étant de 25 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de*

$$\frac{25}{2,3} = 10,9 \text{ cm.}$$

Cette détermination n'est pas satisfaisante pour trois raisons : la partie active est trop faible vis-à-vis de la partie accessoire; le reflux n'a été produit que par l'air et n'a pas été mesuré avec toute la précision voulue; enfin le taux de reflux maximum employé dans ces mesures a été beaucoup trop faible.

Ayant cassé la colonne en question, nous n'avons pu poursuivre cette étude avec cet appareil, mais nous l'avons reprise avec un autre modèle assez voisin, le modèle M, dont l'efficacité s'est révélée plus faible que celle que nous venons de mesurer. Nous ne pouvons donc tenir un grand compte de cette mesure.

MODELE L.

Description du modèle L et de son montage.

Caractéristiques : (âme excentrique n'occupant pas la totalité de la section intérieure de l'hélice).

Fig. 14 : Modèle L. Coupe en grandeur nature.

Longueur de la colonne		121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne		12	mm.
hélice en fil de cuivre	nombre de spires	178	
	diamètre du fil de cuivre	2	mm.
	écart entre 2 spires	4,8	mm.
	(pas = écart + diamètre	6,8	mm.)
Ame interne excentrique en verre : diamètre		5	mm.

Remarquons que le modèle L présente les mêmes caractéristiques que le modèle PODBIELNIAK K, avec en plus, l'âme interne excentrique en verre. Cette âme a pour but d'augmenter la densité du matériel de remplissage et de créer de nouvelles perturbations dans les tourbillons produits entre vapeur ascendante et liquide descendant.

Le montage reste toujours identique à celui des divers modèles PODBIELNIAK déjà étudiés. Nous ne le répéterons plus dans ce qui suivra (cf. modèle PODBIELNIAK A, page 35).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 7 gr. 92 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,975
eau suspendue	p	13,40

$p = 13{,}40$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 7{,}00$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 20{,}40$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 7 gr. 60 par minute) :

taux de reflux	t	0,975
taux d'épuration	k	0,100

Courbe : L; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle L a une efficacité de 6,8 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 121 cm., *un plateau théo-*

$$\frac{121}{6{,}8} = 17{,}8 \text{ cm.}$$

rique occupe une hauteur de ——

La très nette supériorité du modèle L sur le modèle PODBIELNIAK K, en tous points identique par ailleurs, exception faite pour l'âme interne, confirme ce que nous disions plus haut au sujet de la densité du matériel de remplissage.

MODELE M.

DESCRIPTION DU MODÈLE M.

Ce modèle est identique au modèle PODBIELNIAK E, mais avec une âme occupant toute la section intérieure de l'hélice.

Fig. 15 : Modèle M. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur de la colonne.....		121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne.....		12	mm.
hélice en fil de cuivre	nombre de spires.....	148	
	diamètre du fil de cuivre.....	3,85	mm.
	écart entre 2 spires...	4,30	mm.
	(pas = écart + diamètre.....	8,15	mm.)
Ame interne centrique et jointive en cuivre : diamètre.....		3	mm.

C'est là le modèle PODBIELNIAK E avec une âme centrique.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 3 gr. 57 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,983
eau suspendue	p	4,00

$p = 4{,}00 \text{ cr}^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 8 \text{ cm}^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 12 \text{ cm}^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 3 gr. 10 par minute) :

taux de reflux	t	0,975
taux d'épuration	k	0,145

Courbe : M; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle M a une efficacité de 5,8 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 121 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{121}{5.8} = 20{,}8$ *cm.*

Par son efficacité, le modèle M est inférieur au modèle PODBIELNIAK A, mais nettement supérieur au modèle PODBIELNIAK E, dont il possède toutes les caractéristiques, plus l'âme interne. C'est là, une preuve de plus, de l'amélioration de l'efficacité par une augmentation de la densité du matériel de remplissage.

MODELE N.

DESCRIPTION DU MODÈLE N.

C'est le modèle précédent, dans lequel l'âme restant la même, l'hélice et le manchon extérieur ont été élargis, pour aménager un certain espace entre cette âme et l'hélice.

Caractéristiques.

Fig. 16 : Modèle N. Coupe en grandeur nature.

Longueur de la colonne		121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne		14	mm.
hélice en fil de cuivre	nombre de spires	148	
	diamètre du fil de cuivre	3,85	mm.
	écart entre 2 spires	4,3	mm.
	(pas = écart + diamètre	8,15	mm.)
Ame centrique en cuivre centrée par des points de soudure sur la spirale tous les 20 cm. : diamètre		3,85	mm.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 3 gr. 92 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,978
eau suspendue p 7,88

$p = 7{,}88$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 6$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 13{,}88$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 3 gr. 87 par minute) :

taux de reflux t 0,978
taux d'épuration k 0,092

Courbe : N; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle N a une efficacité de 7 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 121 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{121}{7} = 17{,}3$ *cm.*

Ce modèle est plus avantageux que le précédent, tant au point de vue de l'efficacité, que de la perméabilité (vitesse de distillation plus élevée).

MODELE O.

DESCRIPTION DU MODÈLE O.

Dans ce modèle, afin d'empêcher la vapeur de suivre un chemin trop direct le long de l'âme, nous avons entouré l'âme d'une hélice supplémentaire, enroulée en sens inverse de l'hélice externe. Cette modification a entraîné l'élargissement de cette dernière et du manchon externe. Tous les autres caractères sont identiques à ceux des deux colonnes précédentes (modèles M et N).

Caractéristiques.

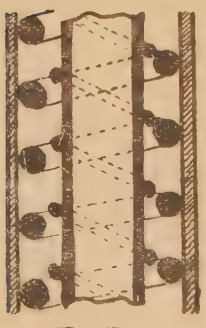


Fig. 17 : Modèle O. Coupe en grandeur nature.

Longueur de la colonne		121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne		22	mm.
Hélice en fil de cuivre	nombre de spires	148	
	diamètre du fil de cuivre	3,85	mm.
	écart entre 2 spires	4,3	mm.
	(pas = écart + diamètre	8,15	mm.)
Ame centrique constituée par :			
1 — un tube de verre : diamètre		11	mm.

2 — une hélice en fil de cuivre enroulée sur le tube de verre en sens inverse de la grande hélice externe :

nombre de spires...	133
diamètre du fil de cuivre.....	1,05 mm.
écart entre 2 spires.	8 mm.
(pas = écart + diamètre.....	9,05 mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 8 gr. 54 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,985
eau suspendue	p	4,68

$p = 4{,}68$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 9$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 13{,}68$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 8 gr. 30 par minute) :

taux de reflux	t	0,985
taux d'épuration	k	0,115

Courbe : O; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle O a une efficacité de 6,2 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 121 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{121}{6{,}2} = 19{,}5$ *cm.*

MODELE P.

DESCRIPTION DU MODÈLE P.

Le modèle O étant moins efficace que le modèle N, malgré les complications du matériel de remplissage, nous avons essayé un autre dispositif, dans lequel les fils des deux hélices ont un diamètre identique, alors que dans le modèle O, ces fils avaient des diamètres différents (1,05 mm. contre 3,85 mm.). Les dimensions de l'âme et du manchon externe demeurent identiques, par un choix judicieux du diamètre des fils des deux hélices.

Caractéristiques.

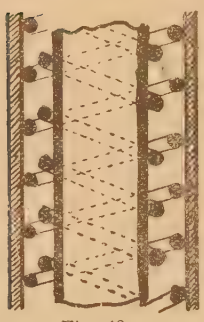


Fig. 18 : Modèle P. Coupe en grandeur nature.

Longueur de la colonne		121	cm.
Diamètre intérieur de la colonne		22	mm.
hélice en fil de cuivre	nombre de spires	178	
	diamètre du fil de cuivre	2	mm.
	écart entre 2 spires	4,8	mm.
	(pas = écart + diamètre	6,8	mm.)
Ame centrique constituée par :			
1 — un tube de verre : diamètre		13	mm.
2 — une hélice en fil de cuivre enroulée sur le tube de verre en sens inverse de la grande hélice externe :	nombre de spires	178	
	diamètre du fil de cuivre	2	mm.
	écart entre 2 spires	4,8	mm.
	(pas = écart + diamètre	6,8	mm.)

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 6 gr. 56 par minute

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,985
eau suspendue p 18,10
p = 18,10 cm^3.

b) Eau de capillarité :

q = 9 cm^3.

c) Eau totale :

p + q = 27,10 cm^3.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 39 par minute) :

taux de reflux t 0,983
taux d'épuration k 0,016

Courbe : P; Réseau II.

4° **Conclusion** — *Le modèle P a une efficacité de 12,7 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 121 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{121}{12,7} = 9,5$ *cm.* Cette colonne est donc très efficace, beaucoup plus que la précédente.

DISCUSSION DES RESULTATS

Dans le tableau III ci-après ont été consignées toutes les caractéristiques des diverses colonnes à hélice avec âme interne, avec leurs efficacités respectives, traduites en hauteur en centimètres de un plateau théorique.

TABLEAU III. — *Colonnes à hélice avec âme interne.* — RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.

MODELES		CARACTERISTIQUES DE LA COLONNE												Vitesses en gr. par min.		Volume liquide retenu dans la colonne par un plateau théorique sous reflux maximum			Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
		Longueur en cm.	Diamètre int. en millimètres	Hélice			Ame interne							Maxima	de fonctionnement				
				Nombre de spires	Diamètre fil de cuivre en millimètres	Ecart entre 2 spires en m/m	Excentrique Tube verre Diam. en m/m non jointive	Centrique Fil de cuivre diam. m/m Jointive	Centrique Fil de cuivre diam. m/m Non jointive	Hélice fil de cuivre enroulée sur tube de verre, en sens inverse de l'hélice externe — Tube verre diam. m/m	Hélice — Nombre de spires	Hélice — Diam. fil cuivre en m/m	Hélice — Ecart entre 2 spires			Eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale	
Hélice simple	W	25	11	20 verre	2,4	10		verre 5						5,50	3,71		0,87		10,9
	L	121	12	178	2,0	4,8	5							7,92	7,60	1,97	1,03	3,00	17,8
	M	121	12	148	3,85	4,3		3						3,57	3,10	0,69	1,38	2,07	20,8
	N	121	14	148	3,85	4,3			3,85					3,92	3,87	1,12	0,86	1,98	17,3
Hélice double	O	121	22	148	3,85	4,3				11	133	1,05	8	8,54	8,30	0,76	1,45	2,21	19,5
	P	121	22	178	2,0	4,8				13	178	2,0	4,8	6,56	6,39	1,43	0,71	2,14	9,5

Notons que parmi les modèles construits, le plus efficace, le modèle P, présente une âme interne bien spéciale et bien différente du simple tube de verre du modèle original de CRISMER. Cette âme n'est autre chose qu'une hélice montée sur un tube de verre et enroulée en sens inverse de la première hélice. Cette complexité a un double but : augmenter la densité du matériel de remplissage et compliquer les mouvements de brassage entre vapeur ascendante et liquide descendant, en créant des « tourbillons » secondaires.

La comparaison du modèle PODBIELNIAK E et du modèle M d'une part, du modèle PODBIELNIAK K et du modèle L d'autre part, modèles qui ne diffèrent entre eux que par l'absence ou la présence d'une âme interne (voir tableaux II et III, pp. 52 et 66) prouve l'influence nettement favorable de l'âme interne sur l'efficacité des colonnes à hélice. Autrement dit, le modèle DUFTON-CRISMER est plus efficace que le dispositif PODBIELNIAK. Mais il y a un réel intérêt à employer une double hélice enroulée en sens inverse sur une âme interne, ce modèle étant le plus efficace de tous les modèles que nous avons étudiés et construits. Ce modèle n'avait pas encore été décrit.

III. — Etude de l'efficacité en fonction de la vitesse de distillation

GENERALITES

Une distillation, pouvant être conduite pour un appareil donné, avec une vitesse variable, bien qu'avec un taux de reflux constant, il ne nous a pas semblé inutile de voir s'il n'existe pas une relation entre la vitesse de distillation et l'efficacité d'une colonne déterminée.

Pour pratiquer cette étude, nous avons opéré sur plusieurs des modèles précédents, avec des vitesses de distillation variables,

généralement avec deux vitesses : la première immédiatement inférieure à la vitesse maxima de fonctionnement (vitesse normale de fonctionnement), la seconde bien inférieure à celle-ci. La première vitesse est celle qui a présidé à tous nos essais précédents pour la détermination de l'efficacité des colonnes PODBIELNIAK et des colonnes à hélice avec âme interne.

Pour faire varier la vitesse, il suffit de faire varier la dépense de chaleur, en réglant l'arrivée du gaz. Un simple manomètre à eau, branché sur la conduite du gaz alimentant le réchaud de l'appareil de distillation, permet de mesurer empiriquement le débit du gaz, donc la dépense de chaleur.

Rien n'a été changé aux caractéristiques du montage des modèles utilisés, au cours de cette étude des variations de l'efficacité en fonction de la vitesse de distillation. Nous ne reviendrons donc pas sur ce montage (cf. modèle PODBIELNIAK A, page 35).

EXPERIENCES

Expérience avec le modèle Podbielniak A

DESCRIPTION DU MODÈLE PODBIELNIAK A ET DE SON MONTAGE.

Voir page 35.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° *Vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima* (vitesse de fonctionnement 8 gr. 06 par minute).

Nous avons vu que le modèle PODBIELNIAK A a une efficacité de 6,7 plateaux théoriques; un plateau théorique occupe une hauteur de 18 cm., l'eau suspendue s'élevant à 8,25 cm^3 sous un reflux maximum, pour toute la colonne.

Voir sur les Réseaux II et III, pp. 37 et 69, les courbes A relatives à ce modèle.

2° *Vitesse de fonctionnement* 6 gr. 69 *par minute.*

Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,130	0,540	0,810	0,975
eau suspendue	p	1,25	5,35	5,60	6,55

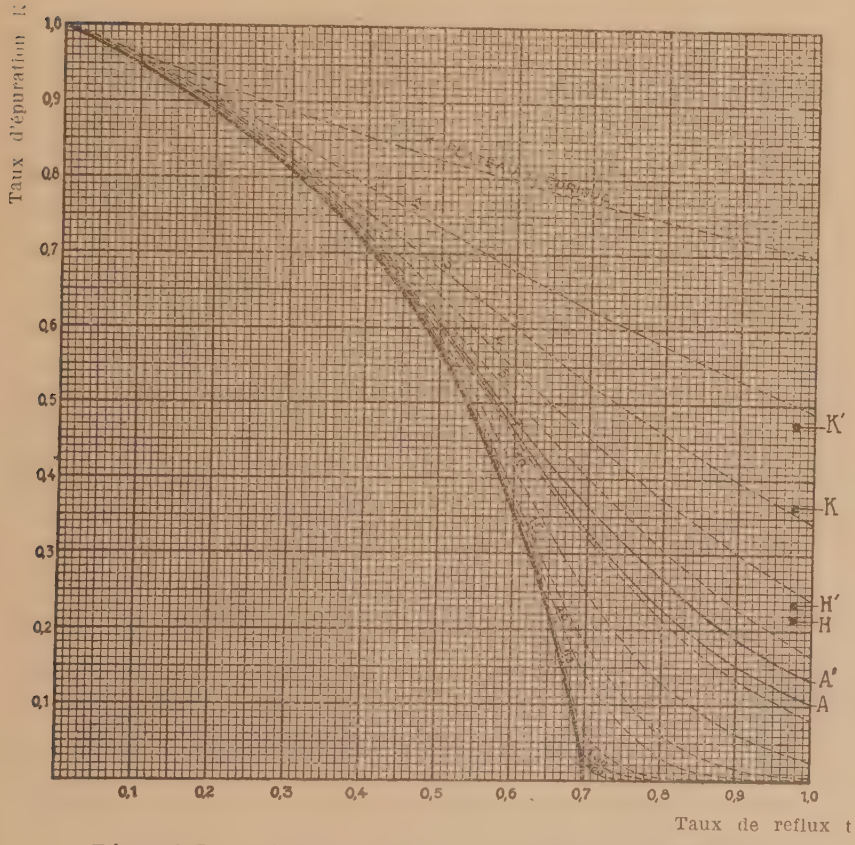
$p = 6{,}55$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 2{,}5$ cm .

c) Eau totale :

$p + q = 9{,}05$ cm³.



Réseau III. — Etude de l'influence de la vitesse de distillation

Colonne de *Podbielniak* { A', H' K', vit. distillation faible
Modèles A, H, K { A, H, K, vit. distillation élevée

Courbe d'efficacité :

taux de reflux	t	0,130	0,540	0,807	0,975
taux d'épuration	k	0,950	0,558	0,263	0,143

Courbe : A'; Réseau III.

Conclusion — *L'efficacité étant de 5,9 plateaux théoriques,* la longueur de la colonne de 121 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{121}{5,9} = 20,6$ *cm.*

Ces deux expériences nous montrent que l'efficacité est quelque peu fonction de la vitesse de distillation. Celle-ci diminue en même temps que celle-là. De 6,7 plateaux théoriques pour la vitesse de fonctionnement de 8 gr. 06 par minute (vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima de fonctionnement 8 gr. 93 par minute), elle tombe à 5,9 plateaux théoriques pour une vitesse de fonctionnemnt inférieure et égale à 6 gr. 09 par minute. C'est ce que prouve nettement l'examen des deux courbes superposées A et A', Réseau III (p. 69).

Une autre constatation qui se dégage de cette étude est la diminution sensible du volume de l'eau suspendue, lorsque la vitesse de distillation diminue. Cette diminution du volume de l'eau suspendue entraîne une diminution du volume de l'eau totale, l'eau de capillarité gardant évidemmnt une valeur constante (c'est une caractéristique de la colonne).

Expérience avec le modèle Podbielniak H

DESCRIPTION DU MODÈLE PODBIELNIAK H ET DE SON MONTAGE.

Voir page 45.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° *Vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima* (vitesse de fonctionnement 10 gr. 65 par minute).

Nous avons vu que le modèle PODBIELNIAK H a une efficacité de 4,6 plateaux théoriques; un plateau théorique occupe une hauteur de 26,3 cm., l'eau suspendue s'élevant à 7,50 cm³ sous reflux maximum, pour toute la colonne.

Voir sur les Réseaux II et III, pp. 37 et 69, les courbes H relatives à ce modèle.

2° *Vitesse de fonctionnement* 7 gr. 06 *par minute.*

Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,975
eau suspendue	p	6,15

$p = 6{,}15$ cm³

b) Eau de capillarité :

$q = 1$ cm³

c) Eau totale :

$p + q = 7{,}15$ cm³

Courbe d'efficacité :

taux de reflux	t	0,975
taux d'épuration	k	0,235

Courbe : H'; Réseau III.

Conclusion — *L'efficacité étant de 4,3 plateaux théoriques,* la longueur de la colonne de 121 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{121}{4{,}3} = 28{,}2$ *cm.*

Le point figuratif H' nettement placé au-dessus du point figuratif H (Réseau III), indique que l'efficacité du modèle H est plus grande à la vitesse de fonctionnement 10 gr. 15 par minute qu'à la vitesse inférieure 7 gr. 06 par minute.

Comme pour le modèle A, nous tirons avec le modèle H, les mêmes conclusions :

1. — Diminution peu importante, mais appréciable, de l'efficacité d'une colonne, lorsque la vitesse de distillation diminue.

2. — Diminution du volume de l'eau suspendue, donc de l'eau totale, le volume de l'eau de capillarité restant identique, lorsque la vitesse de distillation diminue.

Expérience avec le modèle Podbielniak K

DESCRIPTION ET MONTAGE DU MODÈLE PODBIELNIAK K.
Voir page 50.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° *Vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima* (vitesse de fonctionnement 11 gr. 30 par minute).

Nous avons vu que le modèle PODBIELNIAK K a une efficacité de 2,9 plateaux théoriques; un plateau théorique occupe une hauteur de 41,7 cm., l'eau suspendue s'élevant à 15,30 cm^3. sous un reflux maximum, pour toute la colonne.

2° *Vitesse de fonctionnement* 5 gr. 08 *par minute.*

Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,975
eau suspendue	p	5,60
	p =	5,60 cm^3

b) Eau de capillarité : non déterminée.

c) Eau totale : non déterminée.

Courbe d'efficacité :

taux de reflux	t	0,975
taux d'épuration	k	0,474

Courbe : K'; Réseau III.

Conclusion — *L'efficacité étant de 2,2 plateaux théoriques,* la longueur de la colonne de 121 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{121}{2,2} = 55$ *cm.*

Avec le modèle K, nous tirons les mêmes conclusions qu'avec les modèles A et H : diminution de l'efficacité et du volume de l'eau suspendue, lorsque la vitesse de fonctionnement diminue.

DISCUSSION DES RESULTATS

Les expériences précédentes prouvent que l'efficacité diminue faiblement, mais nettement, avec la vitesse de distillation. En même temps, diminue le volume liquide retenu dans la colonne; la vapeur circulant moins vite laisse le liquide descendre plus rapidement.

Cet effet est étonnant, car on pouvait penser qu'au contraire, l'efficacité serait d'autant plus grande que vapeur et liquide restent plus longtemps en contact, donc que la distillation est plus lente. Ce fait est dû probablement à ce que le mouvement de la vapeur et du liquide étant plus vif, le contact des deux phases se fait mieux. L'augmentation du volume liquide retenu par le matériel de remplissage ne peut, de plus, que faciliter la mise en contact des deux phases.

Enfin, il ne faut pas oublier que les colonnes n'ayant pas été calorifugées, pour pouvoir mieux observer et contrôler le mouvement du liquide, la petite quantité de reflux, qui se produit le long de l'appareil par refroidissement par l'air ambiant, se traduira par une petite diminution de l'efficacité de la séparation, calculée pour un taux de reflux uniquement localisé au sommet : autrement dit, toute la colonne ne fonctionne pas au même taux de reflux. Cet effet est d'autant plus important que l'on distille moins vite.

Remarquons que nous avons tenu compte de l'enseignement de cette étude pour l'élaboration de tout notre travail, même pour les colonnes étudiées précédemment, qui ont été utilisées à une

vitesse de fonctionnement immédiatement inférieure à la vitesse maxima de fonctionnement.

IV. — Etude de l'efficacité en fonction de l'inclinaison de la colonne

GENERALITES

Il nous a semblé, à priori, que l'inclinaison de la colonne à distiller devait apporter une augmentation de l'efficacité, en retardant la vitesse de chute du liquide et ainsi en rendant plus intime le contact entre la vapeur ascendante et le liquide descendant.

Les expériences menées dans cet esprit nous ont conduit à des observations inattendues mais intéressantes.

D'autre part, en inclinant une colonne, on diminue énormément son encombrement en *hauteur,* dimension non extensible. On peut envisager, après cette étude, d'établir des modèles enroulés en hélice et permettant sur une faible hauteur l'établissement d'une colonne très longue.

EXPERIENCES

Expérience avec le modèle Podbielniak E

DESCRIPTION DU MODÈLE PODBIELNIAK E ET DE SON MONTAGE.

Pour la description du modèle, nous renvoyons à la page 41.

Le montage reste identique, à cela près que la colonne est inclinée au lieu d'être verticale. Dans son principe, le schéma de l'appareil ne change pas (voir page 26).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° *Modèle E vertical* (voir page 41).

Vitesse maxima de fonctionnement 7 gr. 44 par minute.
Volume liquide retenu dans la colonne :
Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,978
eau suspendue	p	5,85

$p = 5{,}85$ cm³.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 40 par minute) :

taux de reflux	t	0,976
taux d'épuration	k	0,158

Courbe : E; Réseau II ou E; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité est de 5,6 plateaux théoriques* et *1 plateau théorique occupe une longueur (ou une hauteur) de 21,6 cm.*

2° *Modèle E incliné à 12°.*
Hauteur occupée 26,4 cm.
Vitesse maxima de fonctionnement 6 gr. 28 par minute.
Volume liquide retenu dans la colonne :
Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,980
eau suspendue	p	6,75

$p = 6{,}75$ cm³.

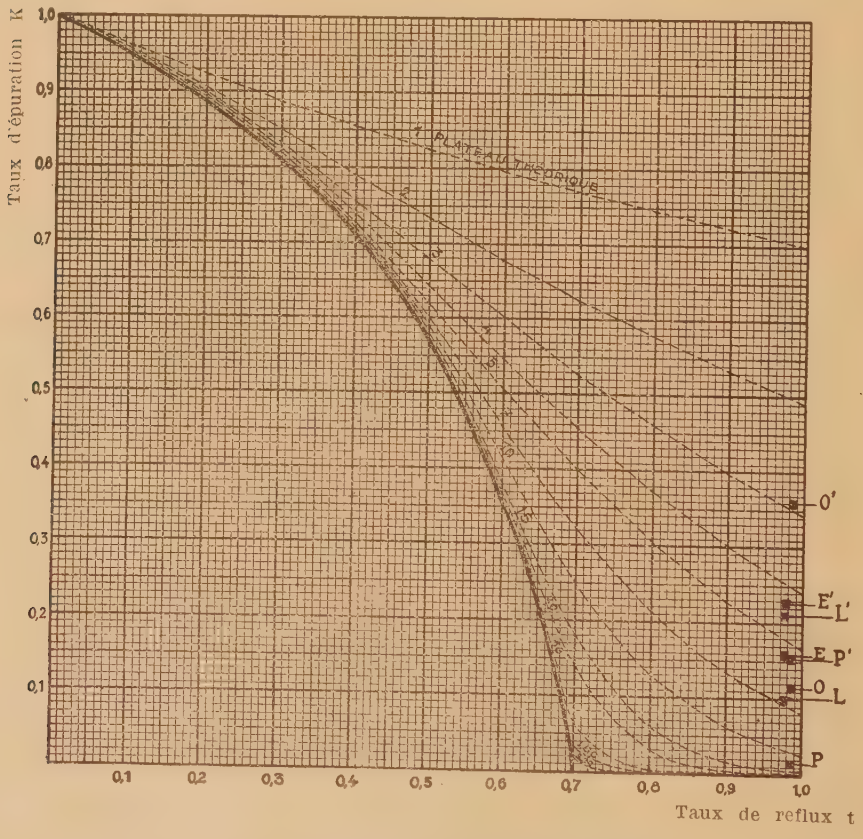
Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 03 par minute) :

taux de reflux	t	0,976
taux d'épuration	k	0,220

Courbe : E'; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité étant de 4,4 plateaux théoriques,* la longueur de la colonne de 121 cm., *un plateau théorique occupe une longueur de* $\frac{121}{4{,}4} = 27{,}5$ *cm.*

L'inclinaison diminue nettement l'efficacité du modèle PODBIELNIAK E, si on la rapporte à la longueur suivie par la vapeur. *Mais, si on rapporte l'efficacité à la hauteur occupée, un plateau théorique n'occupe plus que* $\frac{26,4}{4,4} = 6$ *cm., avec une légère augmentation du volume d'eau suspendue par plateau théorique* (de 1,04 elle passe à 1,53).



Réseau IV — Etude de l'influence de l'inclinaison

Colonnes à hélice *Podbielniak*
Colonnes à hélice avec âme interne
E L O P en position verticale
E' L' O' P' inclinées à 12°

Expérience avec le modèle L à hélice avec âme interne

DESCRIPTION DU MODÈLE L ET DE SON MONTAGE.

Pour la description nous renvoyons à la page 57; pour le montage, à celui du modèle PODBIELNIAK E incliné (page 74).

RÉSULTATS DES MESURES

1° *Modèle L vertical* (voir page 57).

Vitesse maxima de fonctionnement 7 gr. 92 par minute.
Volume liquide retenu dans la colonne :
Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,975
eau suspendue	p	13,40
	p =	13,40 cm³.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 7 gr. 60 par minute) :

taux de reflux	t	0,975
taux d'épuration	k	0,100

Courbe : L; Réseau II ou L; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité est de 6.8 plateaux théoriques* et *un plateau théorique occupe une longueur (ou une hauteur) de 17,8 cm.*

2° *Modèle L incliné à 12°.*

Hauteur occupée 26,4 cm.
Vitesse maxima de fonctionnement 5 gr. 24 par minute.
Volume liquide retenu dans la colonne :
Eau suspendue :

taux de reflux t 0,979
eau suspendue p 6,05
p = 6,05 cm³.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 4 gr. 49 par minute) :

taux de reflux t 0,975
taux d'épuration k 0,210

Courbe : L'; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité étant de 4,6 plateaux théoriques,* la longueur de la colonne de 121 cm., la hauteur occupée de 26,4 cm.,

un plateau théorique occupe une longueur de $\frac{121}{4,6} = 26,3$ *cm.,*

une hauteur de $\frac{26,4}{4,6} = 5,7$ *cm.*

Nous constatons qu'ici le volume d'eau suspendue par plateau théorique est plus faible que lorsque la colonne est droite (de 1,97 ce volume passe à 1,32).

Expérience avec le modèle M à hélice avec âme interne

Description du modèle M et de son montage.

Pour la description, nous renvoyons à la page 59; pour le montage, à celui du modèle Podbielniak E incliné (page 74).

Résultats des mesures.

1° *Modèle M vertical* (voir page 59).

Vitesse maxima de fonctionnement 3 gr. 57 par minute.

Volume liquide retenu dans la colonne :
Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,983
eau suspendue	p	4.00
		p = 4 cm³.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 3 gr. 10 par minute) :

taux de reflux	t	0,975
taux d'épuration	k	0,145

Courbe : M; Réseau II.

Conclusion — *L'efficacité est de 5,8 plateaux théoriques* et *un plateau théorique occupe une hauteur de 20,8 cm.*

2° *Modèle M incliné à 12°.*

Hauteur occupée 26,4 cm.

L'efficacité est absolument nulle par suite du non fonctionnement. La vapeur n'atteint que très difficilement le sommet de la colonne; le liquide de reflux remplissant complètement l'espace compris entre l'âme et le manchon extérieur, du côté inférieur, l'hélice offre une résistance très grande à l'écoulement du liquide de reflux.

Expérience avec le modèle O à hélice avec âme interne

Description du modèle O et de son montage.

Pour la description, nous renvoyons à la page 62; pour le montage, à celui du modèle Podbielniak E incliné (page 74).

Résultats des mesures.

1° *Modèle O vertical* (voir page 62).

Vitesse maxima de fonctionnement 8 gr. 54 par minute.

Volume liquide retenu dans la colonne :
Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,985
eau suspendue	p	4,68

$p = 4{,}68$ cm³.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 8 gr. 30 par minute) :

taux de reflux	t	0,985
taux d'épuration	k	0,115

Courbe : O; Réseau II ou O; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité est de 6,2 plateaux théoriques,* et *un plateau théorique occupe une longueur (ou une hauteur) de 19,5 cm.*

2° *Modèle O incliné à 12°.*
Hauteur occupée 26,4 cm.
Vitesse maxima de fonctionnement 7 gr. 94 par minute.
Volume liquide retenu dans la colonne :
Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,975
eau suspendue	p	16,27

$p = 16{,}27$ cm³.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 7 gr. 49 par minute) :

taux de reflux	t	0,985
taux d'épuration	k	0,360

Courbe : O'; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité étant de 2,9 plateaux théoriques,* la longueur de la colonne de 121 cm., et la hauteur occupée de 26,4 cm., *un plateau théorique occupe une longueur de* $\frac{121}{2{,}9} = 41{,}7$ *cm.; et une hauteur de* $\frac{26{,}4}{2{,}9} = 9{,}1$ *cm.*

Ainsi, l'efficacité du modèle O diminue exactement de moitié pour une inclinaison de 12°, mais la hauteur occupée par la colonne étant 4,6 fois plus petite, l'efficacité spécifique est augmentée de $\frac{4,6}{2}$. Un plateau théorique n'occupe plus que 9,1 cm. de hauteur.

Remarquons l'augmentation considérable du volume d'eau suspendue par plateau théorique (de 0,76 cm^3 ce volume passe à 5,61 cm^3).

Expérience avec le modèle P à hélice avec âme interne

Description du modèle P et de son montage.

Pour la description, nous renvoyons à la page 64; pour le montage, à celui du modèle Podbielniak E incliné (page 74).

Résultats des mesures.

1° *Modèle P vertical* (voir page 64).

Vitesse maxima de fonctionnement 6 gr. 56 par minute.

Volume liquide retenu dans la colonne :

Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,985
eau suspendue	p	18,10

$p = 18,10\ cm^3$.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 39 par minute) :

taux de reflux	t	0,983
taux d'épuration	k	0,016

Courbe : P; Réseau II ou P; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité est de 12,7 plateaux théoriques*, et *un plateau théorique occupe une longueur* (*ou une hauteur*) *de 9,5 cm.*

2° *Modèle P incliné à 12°.*

Hauteur occupée 26,4 cm.

Vitesse maxima de fonctionnement 3 gr. 76 par minute.

Volume liquide retenu dans la colonne :

Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,985
eau suspendue	p	13,43

$p = 13{,}43$ cm³.

Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 3 gr. 48 par minute) :

taux de reflux	t	0,985
taux d'épuration	k	0,155

Courbe : P'; Réseau IV.

Conclusion — *L'efficacité étant de 5,6 plateaux théoriques*, la longueur de la colonne de 121 cm., la hauteur occupée de 26,4 cm., *un plateau théorique occupe une longueur de* $\frac{121}{5,6} = 21,6$ *cm., et une hauteur de* $\frac{26,4}{5,6} = 4,7$ *cm.*

La même conclusion s'impose; l'efficacité diminue par l'inclinaison de la colonne, mais l'efficacité spécifique, rapportée à la hauteur d'encombrement, augmente de façon appréciable. Un plateau théorique n'occupe plus que 4,7 cm.

L'eau suspendue par plateau théorique subit une nette augmentation (de 1,43 elle passe à 2,40 cm³).

DISCUSSION DES RESULTATS

En conclusion, l'inclinaison des colonnes diminue l'efficacité, si on la rapporte à la longueur de la colonne. Cela peut s'expliquer

ainsi : dans une colonne inclinée, le liquide suit un trajet rectiligne suivant la longueur du tube; par contre, dans la colonne verticale, le liquide tend à suivre les spires de l'hélice, sans toutefois les suivre rigoureusement, parce que les spires ne touchent pas le tube de verre par tous leurs points.

Mais, si on rapporte l'efficacité, non plus à la longueur de la colonne, mais à la hauteur qu'elle occupe, on constate une augmentation très importante de l'efficacité (en moyenne plus du double). C'est ce que prouve l'examen du tableau IV ci-dessous, où sont consignées les variations de l'efficacité en fonction de l'inclinaison.

TABLEAU IV. — *Tableau comparatif des efficacités des colonnes à hélice et à hélice avec âme interne en fonction de l'inclinaison*

Modèles	Vitesses en gr. par minute		Volume d'eau suspendue retenu par 1 plateau théorique sous reflux maximum	Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	Maxima	de fonctionnement		
E vertical	7,44	6,40	1,04	21,6
E incliné à 12°	6,28	6,03	1,53	6
L vertical	7,92	7,60	1,97	17,8
L incliné à 12°	5,24	4,49	1,32	5,7
O vertical	8,54	8,30	0,76	19,5
O incliné à 12°	7,94	7,49	3,61	9,1
P vertical	6,56	6,39	1,43	9,5
P incliné à 12°	3,76	3,48	2,40	4,7

La colonne à âme et à double hélice (modèle P), inclinée de 12° sur l'horizontale, présente une efficacité telle, que 4,7 cm. de hauteur suffisent pour avoir un plateau théorique. Malheureusement, en même temps, diminue d'une façon importante la vitesse maxima de fonctionnement, la colonne s'engorgeant facilement. D'autre part, la réalisation d'un tel montage est à vrai dire difficile. En particulier, il nous paraît impossible, après avoir monté cette colonne, même avec du métal, de l'enrouler suivant une vaste hélice. Au contraire, le modèle Podbielniak E sans âme, ou le modèle L dans lequel l'âme est de petit diamètre, pourraient très bien, après avoir été construits en métal (cuivre ou métal monel), être enroulés suivant une hélice de grand diamètre, qui permettrait de réaliser sur une hauteur de 4 mètres par exemple, une colonne de 20 mètres de long, ayant une efficacité de 65 à 70 plateaux théoriques. Etant donné les circonstances actuelles, il ne nous a pas été possible de vérifier cette prévision.

CHAPITRE III

ETUDE DES COLONNES A PLATEAUX

I. — Colonne de Dupont et ses variantes

GENERALITES SUR LA COLONNE DE DUPONT

C'est en 1922 que M. Dupont [14] a décrit un type de colonne fort ingénieusement établi, permettant les séparations très poussées, qui ont été nécessaires dans son étude fondamentale sur l'essence de térébenthine.

Principe de la colonne.

La colonne de Dupont par son principe, est calquée sur les colonnes à plateaux du type industriel. Des paniers grillagés, munis de siphons, jouent le rôle de plateaux.

Comme dans les colonnes industrielles à plateaux, la vapeur dans la colonne de Dupont, par barbotage dans le liquide, cède au liquide ses parties les moins volatiles. La vapeur ascendante traverse les mailles des paniers grillagés et se trouve ainsi divisée en bulles; le liquide descendant se déverse de plateau inférieur en plateau inférieur jusqu'au ballon chaudière, par les siphons.

Description du modèle de l'auteur.

La colonne de Dupont, modèle original, est ainsi construite :

des paniers grillagés cylindriques de 1,5 cm. de hauteur, en toile de nickel pur à 11 mailles par centimètre, à l'intérieur d'un tube de verre de 28 mm. de diamètre intérieur, le tube de verre s'appliquant très exactement aux paniers. Ceux-ci déversent le trop plein de leur liquide dans les paniers inférieurs par des siphons, petits tubes de verre de 9,5 cm. de long et 3,5 mm. de diamètre intérieur, légèrement évasés à leur partie supérieure et doublement coudés à leur partie inférieure, de manière à s'opposer à la pression de la vapeur ascendante, qui empêcherait l'écoulement libre du liquide. La distance séparant 2 plateaux consécutifs est de 9 cm.

VARIATIONS POSSIBLES DU MODÈLE DE DUPONT.

En partant du modèle original de DUPONT, dont nous avons fait une étude expérimentale, nous prouvant sa bonne efficacité, nous en avons établi de nouveaux en faisant varier la finesse de la toile métallique (nombre de mailles par centimètre). Des modifications ont été également apportées aux siphons : pour faciliter l'écoulement du liquide descendant et sa séparation d'avec la vapeur, les siphons ont été munis à leur partie supérieure d'un petit entonnoir en toile métallique ou en clinquant. Enfin dans un autre modèle de colonne, répondant toujours au même type, nous avons songé à diminuer la longueur des siphons, autrement dit, l'écart entre deux paniers grillagés consécutifs.

Une dernière modification, qui, croyons-nous, a une grande importance, a eu pour but de faciliter l'amorçage et le remplissage rapide et régulier des paniers grillagés : le dernier plateau situé au bas de la colonne est un plateau en clinquant formant un réservoir étanche; ce plateau est muni d'un conduit droit de large diamètre (5 mm.) pour le libre passage de la vapeur ascendante et d'un conduit coudé à la partie inférieure (siphon) pour l'écoulement du liquide descendant. La hauteur de ce plateau est de 1,5 cm., la partie émergeante du siphon dans le plateau étant de 1 cm., une couche liquide de 1 cm. de profondeur y séjourne continuellement et permet l'amorçage rapide du siphon appartenant au panier grillagé immédiatement supérieur, et de proche en proche l'amorçage des siphons des autres paniers.

EXPERIENCES

Modèle original de Dupont

MODELE A.

DESCRIPTION DU MODÈLE A ET DE SON MONTAGE.

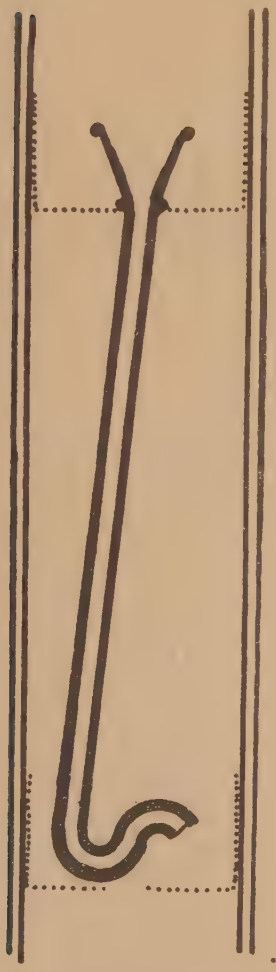


Fig. 19 : Modèle A. Coupe en grandeur nature.

Nous avons opéré sur un élément de colonne de DUPONT, dont nous rappelons ci-dessous les caractéristiques.

Caractéristiques.

Longueur utile de la colonne (du 1er au dernier panier).	126 cm.
Diamètre intérieur de la colonne.....	28 mm.
14 paniers en toile de nickel pur à 11 mailles par cm. : hauteur.....	1,5 cm.
Ecart entre 2 paniers.....	9 cm.
Siphon sans entonnoir : longueur.....	9,5 cm.

Le montage reste toujours identique. La colonne étudiée trouve sa place (en C) dans le montage général de l'appareil, qui nous a servi, au cours de notre étude, à déterminer l'efficacité de divers modèles de colonnes rectificatrices (voir schéma de l'appareil page 26).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement (cf. page 29) 8 gr. 80 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne (cf. page 29) :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,922	0,970	0,990
eau suspendue	p	8,45	12,80	37,40

$p = 37{,}40$ cm³ .

b) Eau de capillarité :

$q = 9{,}32$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 46{,}72$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 6 gr. 85 par minute) :

taux de reflux	t	0,922	0,962	0,970
taux d'épuration	k	0,049	0,035	0,030

Courbe : Da; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne de* Dupont, *modèle A, a une efficacité de 11 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 126 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{126}{11} = 11{,}5$ *cm.*

MODELE B.

Description du modèle B et de son montage.

[redacted]

Variantes sur le modèle A : le nombre de paniers; la longueur; la qualité de la toile constituant les paniers; la forme des siphons, taillés en biseau à leur extrémité supérieure.

Fig. 20 : Siphons modèles B. E. H. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur utile de la colonne.....	180	cm.
Diamètre intérieur de la colonne.....	28	mm.
20 paniers en toile de cuivre à 11 mailles au cm. (diamètre du fil de la trame 30/100 de mm.) : hauteur.....	1,5	cm
Ecart entre 2 paniers.....	9	cm.
Siphon (sans entonnoir) : longueur.....	9,5	cm.

RÉSULTATS DES MESURES.

A) *Vitesse de fonctionnement 10 gr. 40 par minute.*

1° Vitesse maxima de fonctionnement 12 gr. par minute :

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,093	0,560	0,970
eau suspendue	p	1,15	4,10	5,70

$p = 5{,}70\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$$q = 13{,}30\ cm^3.$$

c) Eau totale :

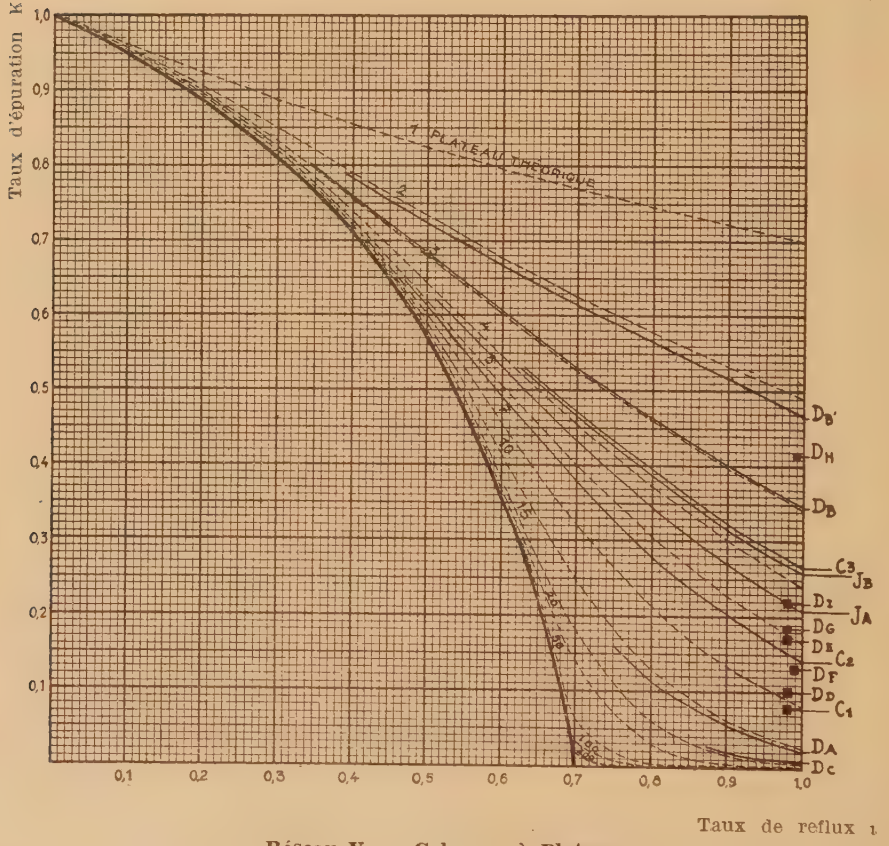
$$p + q = 19{,}00\ cm^3.$$

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 10 gr. 40 par minute) :

taux de reflux	t	0,385	0,519	0,810	0,970
taux d'épuration	k	0,772	0,664	0,453	0,361

Courbe : DB; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* DUPONT, *modèle B, a une efficacité de 3 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 180 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{180}{3} = 60$ *cm.*



Réseau V. — Colonnes à Plateaux

Colonne de *Dupont* D$_A$ D$_B$....D$_H$ D$_I$

Colonne de *Charles* C$_1$ C$_2$ C$_3$

Colonne de *Jaulmes* J$_A$ J$_B$

C'est donc un très mauvais modèle, les paniers ne s'étant pas bien remplis de liquide; la vitesse de fonctionnement n'a pas pu être augmentée, car la colonne s'engorge très facilement, les siphons fonctionnant mal.

B) *Vitesse de fonctionnement 5 gr. 73 par minute.*

1° Vitesse maxima de fonctionnement 12 gr. par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,160	0,560	0,970
eau suspendue	p	1,70	2,55	3,35

$p = 3{,}35$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 13{,}30$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 16{,}65$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de fonctionnement de 5 gr. 73 par minute :

taux de reflux	t	0,455	0,555	0,904	0,980
taux d'épuration	k	0,750	0,695	0,515	0,474

Courbe : DB'; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* DUPONT, *modèle B, à la très faible vitesse de fonctionnement de 5 gr. 73 par minute, a une efficacité de 2,1 plateaux théoriques; un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{180}{2{,}1} = 85{,}7$ *cm.*

Nous avons là une nouvelle preuve, même pour un modèle déficient, de l'influence très nette de la vitesse de distillation sur l'efficacité de la colonne à distiller. Avec le modèle B, l'efficacité tombe de 3 à 2,1 plateaux théoriques, lorsque la vitesse de distillation chute de 10 gr. 40 à 5 gr. 73 par minute, ce qui est dû au remplissage encore plus défectueux des paniers.

MODELE C.

DESCRIPTION DU MODÈLE C ET DE SON MONTAGE.

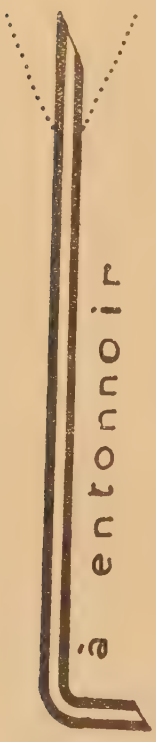


Fig. 21 : Siphons Modèles C. D. F. Coupe en grandeur nature.

Le modèle C ne diffère du modèle B, que par un seul détail, capital, comme nous le prouvera la détermination de l'efficacité. Les siphons sont munis à leur partie supérieure de petits entonnoirs coniques en toile de cuivre, ayant les mêmes caractéristiques que celle des paniers.

Le montage reste identique (voir page 87).

Caractéristiques.

Longueur utile de la colonne.....	180	cm.
Diamètre intérieur de la colonne.....	28	mm.
20 paniers en toile de cuivre à 11 mailles au cm. (diamètre du fil de la trame 30/100 de mm.) : hauteur.....	1,5	cm.
Ecart entre 2 paniers.....	9	cm.
Siphons (munis d'entonnoirs coniques en toile de cuivre à 11 mailles au cm.) : longueur.....	9,5	cm.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 19 gr. 85 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,977
eau suspendue	p	75,00

$p = 75{,}00\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 13{,}30\ cm^3$.

c) Eau totale :

$$p + q = 88{,}30 \text{ cm}^3.$$

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 18 gr. 30 par minute) :

taux de reflux	t	0,873	0,977
taux d'épuration	k	0,027	0,007

Courbe : Dc; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* DUPONT, *modèle C, a une efficacité de 15 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 180 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{180}{15} = 12$ *cm.*

Nous constatons une très nette supériorité du modèle C sur le modèle B. Sous l'action des entonnoirs grillagés munissant l'extrémité supérieure des siphons, l'efficacité traduite en hauteur en centimètres pour 1 plateau théorique, passe de 60 cm. pour le modèle B, privé d'entonnoirs, à 12 cm. pour le modèle C, muni d'entonnoirs. Ces entonnoirs en toile métallique, permettant une excellente séparation entre la vapeur et le liquide, facilitent l'amorçage des siphons. Ils remplacent l'entonnoir de verre de M. DUPONT, tout en étant plus faciles à établir et à monter.

MODELE D.

DESCRIPTION DU MODÈLE D ET DE SON MONTAGE.

Avec le modèle D, intervient la modification portant sur le dernier plateau inférieur de la colonne, plateau étanche en clinquant. Comme nous l'avons dit plus haut, ce plateau étanche permet un amorçage plus rapide des siphons de la colonne (voir page 86).

Autres variantes sur le modèle C : le nombre de paniers et la longueur.

Le montage est identique (voir page 87).

Caractéristiques : (voir fig. 21, page 92).

Longueur utile de la colonne	63	cm.
Diamètre intérieur de la colonne	28	mm.
7 paniers en toile de cuivre à 11 mailles au cm. (diamètre du fil de la trame 30/100 de mm.) : hauteur	1,5	cm.
Ecart entre 2 paniers	9	cm.
Siphons (munis d'entonnoirs coniques en toile de cuivre à 16 mailles au cm.) : longueur	9,5	cm.

Plateau cylindrique inférieur en clinquant de mêmes dimensions que les paniers et muni d'un conduit droit pour la vapeur ascendante et d'un conduit coudé à la partie inférieure pour le liquide descendant.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 11 gr. 50 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,980
eau suspendue	p	34,82

$p = 34{,}82\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 4{,}66\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 39{,}48\ cm^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 11 gr. 35 par minute) :

taux de reflux t 0,980
taux d'épuration k 0,100

Courbe : Dd; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* Dupont, *modèle D, a une efficacité de 6,8 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 63 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{63}{6,8} = 9,3$ *cm.*

Nous avons là un excellent modèle, le meilleur rencontré jusqu'ici, et présentant l'immense avantage d'un fonctionnement rapide et régulier par suite de l'amorçage facile de ses siphons.

Mais, si nous comparons le modèle D au modèle B, qui n'en diffère que par l'absence du plateau inférieur étanche en clinquant, nous constatons que ce dispositif, facilitant énormément l'amorçage des siphons, permet le fonctionnement de *tous* les plateaux de la colonne.

L'emploi de ce dispositif a été utilisé dans le montage de toutes les colonnes étudiées plus loin (colonnes type Dupont, modèles E, F, G...).

MODELE E.

Description du modèle E et de son montage.

Le modèle E diffère du modèle D par l'absence d'entonnoirs à la partie supérieure des siphons. Toutes les autres caractéristiques restent inchangées de même que le montage (voir description du modèle D et de son montage, page 93, et la figure 20, page 89).

Résultats des mesures.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 16 gr. 95 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,985
eau suspendue	p	33,40

$p = 33{,}40\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 4{,}66\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 38{,}06\ cm^3$.

3° Courbe d'efficacité à la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 16 gr. 40 par minute) :

taux de reflux	t	0,983
taux d'épuration	k	0,167

Courbe : De; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* Dupont, *modèle E, a une efficacité de 5,2 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 63 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de*

$$\frac{63}{5{,}2} = 12{,}1\ cm.$$

Nous enregistrons avec le modèle E une très nette diminution de l'efficacité vis-à-vis du modèle D, par la seule suppression des entonnoirs, qui munissent la partie supérieure des siphons.

MODELE F.

Description du modèle F et de son montage.

Le modèle F ne diffère du modèle D, que par la finesse de la toile métallique des paniers (16 mailles au cm. chez le modèle F au lieu de 11 mailles au cm. chez le modèle D).

Toutes les autres caractéristiques restent inchangées, de même que le montage (voir description du modèle D et de son montage, page 93, et la figure 21, page 92).

Caractéristiques.

Longueur utile de la colonne	63	cm.
Diamètre intérieur de la colonne	28	mm.
7 paniers en toile de cuivre à 16 mailles au cm. (diamètre du fil de la trame 18/100 de mm.) : hauteur.	1,5	cm.
Ecart entre 2 paniers	9	cm.
Siphons (munis d'entonnoirs coniques en toile de cuivre à 16 mailles au cm.) : longueur de chaque siphon	9,5	cm.
Plateau inférieur en clinquant (cf. modèle D, page 94).		

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 15 gr. 15 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,987
eau suspendue p 43,30
p = 43,30 cm^3.

b) Eau de capillarité :

q = 4,66 cm^3.

c) Eau totale :

p + q = 47,96 cm^3.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 12 gr. 50 par minute) :

taux de reflux t 0,987
taux d'épuration k 0,131
Courbe : DF; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* DUPONT, *modèle F, a une efficacité de 5,9 plateaux théoriques.* Sa longuuer utile étant de 63 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de*

$$\frac{63}{5,9} = 10,7 \text{ cm.}$$

Comparé au modèle D, le modèle F est donc légèrement inférieur.

MODELE G.

DESCRIPTION DU MODÈLE G ET DE SON MONTAGE.

Fig. 22 : Siphon Modèle G. Coupe en grandeur nature.

Le modèle G présente les mêmes caractéristiques que le modèle F. Seuls les entonnoirs, qui coiffent les siphons à leur partie supérieure, au lieu d'être en toile métallique, sont en clinquant dans le modèle G. Pour les autres caractéristiques et pour le le montage qui restent inchangés, nous renvoyons au modèle précédent F (description du modèle F et de son montage, page 96).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 20 gr. par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,980
eau suspendue p 37,57

$p = 37,57 \text{ cm}^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 4,66 \text{ cm}^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 42,23 \text{ cm}^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 19 gr. 80 par minute) :

taux de reflux t 0,980
taux d'épuration k 0,185

Courbe : DG; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* DUPONT, *modèle G, a une efficacité de 4,9 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 63 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de*

$$\frac{63}{4,9} = 12,8 \text{ cm.}$$

Le modèle G est donc nettement inférieur au modèle F. Les entonnoirs en toile métallique sont préférables aux entonnoirs en clinquant, bien que la vitesse de distillation soit plus élevée avec les entonnoirs en clinquant.

MODELE H.

DESCRIPTION DU MODÈLE H ET DE SON MONTAGE.

Le modèle H, à part les entonnoirs, coiffant l'extrémité supérieure des siphons, dont il est totalement dépourvu, présente les même caractéristiques que le modèle F. Le montage reste identique (voir description du modèle F et de son montage page 96, et la figure 20, page 89).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 5 gr. 90 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,990
eau suspendue p 74
p = 74 cm³.

b) Eau de capillarité :

$$q = 4{,}66 \text{ cm}^3.$$

c) Eau totale :

$$p + q = 78{,}66 \text{ cm}^3.$$

3° Courbe d'efficacité à la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 5 gr. 57 par minute) :

taux de reflux	t	0,990
taux d'épuration	k	0,415

Courbe : DH; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* DUPONT, *modèle H, a une efficacité de 2,5 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 63 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{63}{2{,}5} = 25{,}2$ *cm.*

Le modèle H est très nettement inférieur au modèle F. L'absence d'entonnoirs entraîne la chute de l'efficacité.

MODELE I.

DESCRIPTION DU MODÈLE I ET DE SON MONTAGE.

Le modèle I possède toutes les caractéristiques du modèle G, à l'exception de la longueur des siphons, qui est chez le modèle I de 6 cm. au lieu de 9 cm. La longueur utile est de 42 cm.

Le montage reste identique (voir description du modèle G et de son montage, page 98).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 18 gr. 60 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,980
eau suspendue p 23,67
p = 23,67 cm³.

b) Eau de capillarité :

q = 4,66 cm³.

c) Eau totale :

p + q = 28,33 cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 17 gr. 30 par minute :

taux de reflux t 0,977
taux d'épuration k 0,218

Courbe : DI; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne type* DUPONT, *modèle I, a une efficacité de 4.5 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 42 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de*

$$\frac{42}{4,5} = 9,3 \text{ cm.}$$

Le modèle I est donc supérieur au modèle F.

DISCUSSION DES RESULTATS

Nous avons consigné dans le tableau V ci-après, les caractéristiques des diverses colonnes rectificatrices issues du modèle original de DUPONT, avec leurs valeurs respectives : vitesse maxima; vitesse de fonctionnement; volume liquide retenu par un plateau théorique sous reflux maximum (eau suspendue, eau de capillarité, eau totale); efficacités mesurées par la hauteur en centimètres de un plateau théorique (on sait que cette hauteur est d'autant plus petite, que l'efficacité est plus grande, voir page 51).

TABLEAU V. — *Colonne de* DUPONT *et ses variantes* - RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.

Modèles	CARACTERISTIQUES													Vitessess en gr. par minute		Volume liquide retenu dans la colonne par 1 plateau théorique sous reflux maximum			Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	Longueur utile en cm.	Diamètre intérieur en m/m	Panier inférieur en clinquant	Paniers de 1,5 cm. de haut				Siphons						Maxima	de fonctionnement	Eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale	
				Toile nickel à 11 mailles au cm. Nombre	Toile cuivre à 11 mailles au cm. Nombre	Toile cuivre à 16 mailles au cm. Nombre	Ecart entre 2 paniers	9,5 cm. nus	9,5 cm. Entonnoirs en toile cuivre à 11 mailles au cm.	9,5 cm. Entonnoirs en toile cuivre à 16 mailles au cm.	9,5 cm. Entonnoirs en clinquant	6,5 cm. Entonnoirs en clinquant							
A	126	28		14			9	+						8,80	6,85	3,40	0,85	4,25	11,5
B	180	28			20		9	+						12,00	10,40	1,90	4,43	6,33	60
C	180	28			20		9		+					19,85	18,30	5,00	0,89	5,89	12
D	63	28	+		7		9			+				11,50	11,35	5,12	0,68	5,80	9,3
E	63	28	+		7		9	+						16,95	16,40	6,42	0,89	7,31	12,1
F	63	28	+			7	9			+				15,55	12,50	7,34	0,79	8,13	10,7
G	63	28	+			7	9				+			20,00	19,80	7,67	0,95	8,62	12,8
H	63	28	+			7	9	+						5,90	5,57	29,60	1,86	31,46	25,2
I	42	28	+			7	6					+		18,60	17,30	5,27	1,03	6,30	9,3

De l'examen de ce tableau un certain nombre de faits ressortent :

1° L'efficacité est fonction de la finesse de la toile métallique : *il n'y a aucun intérêt à utiliser une toile métallique trop fine.* C'est ce que prouve la comparaison des modèles D' et F entre eux. Ces modèles ne diffèrent que par la finesse de la toile métallique de leurs paniers. Le modèle D (toile métallique à 11 mailles au centimètre; diamètre du fil de la trame 30/100 de millimètre) est plus efficace que le modèle F (toile métallique à 16 mailles au centimètre; diamètre du fil de la trame 18/100 de millimètre); de 9,3 cm. pour le modèle D, la hauteur d'un plateau théorique s'élève à 10,7 cm. pour le modèle F. La comparaison des modèles E et H est encore beaucoup plus significative (voir tableau V, page 102).

Nous avons d'ailleurs essayé d'autres toiles métalliques à mailles plus grandes, pour la confection de nos plateaux, mais ces plateaux n'ont jamais pu se remplir de liquide; 11 mailles au cm. constituent en quelque sorte le minimum de la petitesse des mailles et, au delà de ce minimum, le liquide ne peut plus rester en suspension grâce à la pression de la vapeur sous-jacente.

TABLEAU VI. — *Colonne de* DUPONT *et ses variantes*

INFLUENCE DES ENTONNOIRS SUR L'EFFICACITÉ.

MODELES		Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
B	sans entonnoir	60
C	avec entonnoirs	12
E	sans entonnoir	12,1
D	avec entonnoirs	9,3
H	sans entonnoir	25,2
I	avec entonnoirs	9,3

2° L'efficacité est nettement améliorée par l'adjonction à la partie supérieure des siphons, de petits *entonnoirs*. C'est ce qu'a fait M. DUPONT lui-même. Il suffit pour s'en persuader de comparer entre eux les modèles B et C; D et E; H et I. A l'exception

des entonnoirs, ces couples de modèles présentent entre eux les mêmes caractéristiques (voir tableau VI, page 103).

La nature de l'entonnoir n'est pas sans importance. Nous avons vu que *des entonnoirs en toile métallique sont préférables à des entonnoirs en clinquant*. Le modèle F (entonnoirs en toile fine) est plus efficace que le modèle G (entonnoir en tôle) : de 10,7 cm. dans le modèle F, la hauteur de un plateau théorique s'élève à 12,8 cm. dans le modèle G.

3° Un défaut de la colonne de DUPONT est de présenter un fonctionnement assez délicat au début de la distillation. L'amorçage des siphons est souvent difficile et le désamorçage fréquent, au cours d'une opération. Ce désamorçage entraîne pratiquement l'inefficacité d'un nombre de paniers parfois important. Pour remédier à cet inconvénient, nous avons doté nos colonnes d'*un plateau inférieur en clinquant, formant un réservoir étanche,* où vient s'amorcer le dernier siphon à la base, et de proche en proche l'amorçage gagne rapidement tous les autres siphons. Nous donnons plus haut, les caractéristiques de ce plateau un peu spécial (voir page 94).

4° Il y a intérêt, à raccourcir l'écart entre 2 paniers, écart fixé par M. DUPONT à 9 cm. Le modèle I, pour un écart de 6 cm. entre 2 paniers présente sur le modèle G, identique quant aux autres caractéristiques, une très nette supériorité (voir tableau V, page 102).

5° Il est intéressant de calculer dans quelle mesure, l'équilibre entre vapeur et liquide se fait bien dans chaque plateau; autrement dit, de calculer l'efficacité moyenne du barbotage sur chaque plateau, en calculant le rapport entre le nombre de plateaux théoriques obtenus et le nombre de plateaux effectifs. Ce coefficient d'efficacité du barbotage, n'est autre que celui qui a été déjà mesuré par M. JAULMES dans son étude sur l'entraînement par la vapeur d'eau [16].

Nous donnons ci-après, un tableau de ces coefficients d'efficacité du barbotage, avec simultanément, les valeurs d'eau totale retenue par un plateau effectif et la vitesse de fonctionnement.

TABLEAU VII. — *Colonne de* DUPONT *et ses variantes*

COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DU BARBOTAGE.

Modèles	Eau totale retenue par 1 plateau effectif	Coefficient d'efficacité du barbotage	Vitesse de fonctionnement gr. par minute
A	3,33 cm3	0,786	6,85
B	0,95	0,150	10,40
B	0,83	0,105	5,73
C	4,42	0,750	18,30
D	5,64	0,973	11,35
E	5,43	0,743	16,40
F	6,85	0,843	12,50
G	6,04	0,700	19,80
H	11,41	0,357	5,57
I	3,91	0,642	17,30

Ce tableau est très suggestif; il montre que dans certaines expériences, la colonne a admirablement bien fonctionné, chaque plateau ayant bien réalisé l'équilibre entre le liquide qui s'y trouve et la vapeur qui le traverse (modèle D, F, A, E). Remarquons que cette grande efficacité est fonction du grand volume liquide contenu dans le plateau. Il y a parallélisme entre ces deux phénomènes (exception dans le cas de la colonne H, exception due à un certain engorgement des plateaux, dont les siphons avaient été démunis de leurs entonnoirs).

II. — Colonne de Charles

GENERALITES SUR LA COLONNE DE CHARLES

PRINCIPE DE LA COLONNE.

La colonne de M. CHARLES [15] répond exactement au même principe que les colonnes industrielles à plateaux. On peut la rapprocher de la colonne de DUPONT. Les paniers grillagés sont

remplacés par de véritables plateaux à monture de verre et de métal. Ici, comme dans les colonnes industrielles à plateaux, on assiste à un lavage par barbotage de la vapeur ascendante dans le liquide descendant. Au cours de ce barbotage, la vapeur abandonnera au liquide, par condensation, ses parties les moins volatiles.

Dans l'étude qui va suivre, nous nous sommes bornés à déterminer l'efficacité du modèle de CHARLES, sous des vitesses de distillation variables.

EXPERIENCES

DESCRIPTION DU MODÈLE DE CHARLES ET DE SON MONTAGE.

Une colonne en verre Pyrex, contenant 15 plateaux, tel est l'élément que nous avons étudié. Chaque plateau est constitué par une plaque métallique percée de 19 trous (1 trou central et 18 trous répartis sur deux demi-arcs de cercle) et muni d'un siphon, tube deux fois coudé à la partie inférieure, de 5 mm. de diamètre intérieur et 2 cm. de long.

Les plateaux sont entassés les uns sur les autres et maintenus à un écartement constant et égal à 3 cm. par des cylindres de verre épais munis de joints en amiante. Ces cylindres, comme les plateaux, adhèrent très exactement aux parois internes de la colonne.

Voici, d'ailleurs, les données exactes de la colonne de CHARLES.

Caractéristiques.

Longueur totale de la colonne	55 cm.
Longueur utile (du 1er au dernier plateau)	45 cm.
Diamètre intérieur de la colonne	36 mm.
15 plateaux métalliques percés de 19 trous de 2 mm. pour le passage de la vapeur ascendante, et munis d'un siphon pour le liquide descendant (voir plus haut).	

Ecart entre 2 plateaux..... 3 cm.

Le montage reste identique à celui des modèles précédents (cf. schéma de l'appareil, page 26).

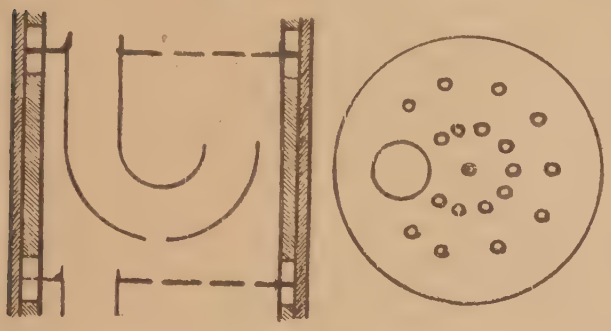


Fig. 23
Modèle Charles
Coupe en grandeur nature

RÉSULTATS DES MESURES.

Vitesse maxima de fonctionnement 10 gr. 30 par minute.

A. — *Fonctionnement a la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 9 gr. 20 par minute).*

Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,980
eau suspendue	p	32,20

$p = 32{,}20\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 27\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 59{,}20\ cm^3$.

Courbe d'efficacité :

taux de reflux	t	0,980
taux d'épuration	k	0,077

Courbe : C_1 ; Réseau V.

Conclusion — *A la vitesse de fonctionnement de 9 gr. 20 par minute, la colonne de* CHARLES *a une efficacité de 7,7 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 45 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{45}{7,7} = 5,8$ *cm.*

B. — *Fonctionnement à la vitesse de 8 gr. 50 par minute.*

Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,100	0,830	0,975
eau suspendue	p	3,50	19,30	33

$p = 33$ cm$_3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 27$ cm^3.

c) Eau totale :

$p + q = 60$ cm^3.

Courbe d'efficacité :

taux de reflux	t	0,112	0,540	0,825	0,977
taux d'épuration	k	0,940	0,560	0,260	0,155

Courbe : C_2 ; Réseau V.

Conclusion — *A la vitesse de fonctionnement de 8 gr. 50 par minute, la colonne de* CHARLES *a une efficacité de 5,6 plateaux théoriques; un plateau théorique occupe une hauteur de 8 cm.*

C. — *Fonctionnement à la vitesse de 3 gr. 62 par minute.*

Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,215	0,850	0,975
eau suspendue	p	2,75	3,05	7,55

$p = 7,55$ cm^3.

b) Eau de capillarité :

$q = 27$ cm^3.

c) Eau totale :

$$p + q = 34{,}55 \text{ cm}^3.$$

Courbe d'efficacité :

taux de reflux	t	0,215	0,630	0,910	0,970
taux d'épuration	k	0,877	0,530	0,315	0,280

Courbe : C_3 ; Réseau V.

Conclusion — *A la vitesse de fonctionnement de 3 gr. 62 par minute, la colonne de* CHARLES *a une efficacité de 3,8 plateaux théoriques; un plateau théorique occupe une hauteur de 11,8 cm.*

Cette très nette diminution de l'efficacité en fonction seulement de la vitesse est une nouvelle preuve de l'influence de la vitesse de distillation sur l'efficacité, le contenu des plateaux étant plus important, lorsque la vitesse est grande, comme le montre la comparaison des valeurs de l'eau suspendue.

DISCUSSION DES RESULTATS

La colonne de CHARLES est très efficace à condition de l'employer avec une grande vitesse de fonctionnement, permettant le maintient du liquide dans les plateaux. Un plateau théorique n'occupe que 5,8 cm. de hauteur, mais au prix d'un grand volume de liquide dans chaque plateau théorique (eau totale 7,83 cm^3).

Voici dressés dans le tableau VIII ci-après, les résultats intéressants la colonne de CHARLES à ses trois vitesses de fonctionnement.

REMARQUE.

Calculons ici également, le coefficient d'efficacité du barbotage de la vapeur dans le liquide sur chaque plateau, et la quantité d'eau totale retenue par un plateau effectif (tableau IX).

TABLEAU VIII. — *Colonne de* CHARLES

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.

Vitesse de fonctionnement en gr. par minute	Volume liquide retenu dans la colonne par 1 plateau théorique sous refluxe maximum			Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	Eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale	
9,20	4,17	3,51	7,68	5,8
8,50	5,90	4,82	10,72	8
3,62	1,99	7,11	9,10	11,8

TABLEAU IX. — *Colonne de* CHARLES

COEFFICIENT D'EFFICACITÉ DU BARBOTAGE

CHARLES	Eau totale retenue par 1 plateau effectif	Coefficient d'efficacité du barbotage	Vitesse de fonctionnement gr. par minute
	4,00	0,514	9,20
	4,00	0,373	8,50
	2,30	0,253	3,62

Le coefficient d'efficacité du barbotage est nettement moins élevé que dans le cas de la colonne de DUPONT, même à égalité de contenu liquide sur chaque plateau, le passage de la vapeur s'effectuant par un nombre d'orifices plus restreint.

III. — Colonne Jaulmes et ses variantes

GENERALITES SUR LA COLONNE JAULMES

Tous les modèles que nous avons étudiés jusqu'à maintenant comportent des parties en métal, ce qui est un défaut sérieux du point de vue pratique, et limite l'emploi des colonnes à un nombre relativement restreint de liquides.

Ayant constaté la haute efficacité des colonnes à plateaux, M. JAULMES a voulu essayer d'établir des modèles à plateaux et à siphons entièrement construits en verre.

Le procédé de fabrication, qui nécessite un certain tour de main, a été mis au point au laboratoire par M. JAULMES. Ce procédé n'a pas encore été publié. Les colonnes ainsi obtenues sont constituées par une chemise de verre dans laquelle sont soudés, à espaces réguliers, des disques percillés enserrant le siphon. On peut faire varier le diamètre du manchon, l'écart entre deux plateaux, le diamètre et le nombre de trous, l'épaisseur de la plaque percillée, la disposition et le nombre des siphons. On voit par là, le très grand nombre de dispositifs qui peuvent être établis sur ce principe, et combien de patience, de temps et de matériel sont nécssaires pour mener à bien l'étude systématique de ce mode de fabrication, qui permettrait d'établir la colonne la plus avantageuse. Cette étude commencée en novembre 1938 par M. JAULMES, était à peine ébauchée au début de la guerre. Elle n'a pu être reprise depuis cette époque, pour diverses raisons dont les raisons actuelles sont la rareté du verre et le rationnement en énergie électrique nécessaire pour le chauffage des fours.

Nous ne présenterons donc que l'étude des quatre permiers modèles établis par M. JAULMES.

EXPERIENCES

MODELE A.

DESCRIPTION DU MODÈLE A ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques.

Longueur totale de la colonne	92 cm.
Longueur utile de la colonne (du 1er au dernier plateau)	76,5 cm.
Diamètre intérieur de la colonne	22,5 mm.

9 plateaux constitués chacun par 18 tubes de verre de 7 mm. de long et 1,5 mm. de diamètre intérieur; et par un siphon de 10 cm. de long et 1,5 mm. de

diamètre intérieur, évasé en entonnoir au sommet, et légèrement coudé à la base.

Ecart entre 2 plateaux..... 85 mm.

Le montage reste toujours identique (voir schéma de l'appareil, page 26).

Fig. 24
Modèle A.
Coupe en grandeur nature

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 17 gr. 25 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,220	0,620	0,985
eau suspendue	p	8,00	9,95	11,10

$p = 11{,}10\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$$q = 3\ cm^3.$$

c) Eau totale :

$$p + q = 14{,}10\ cm^3.$$

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 15 gr. 10 par minute) :

taux de reflux	t	0,220	0,600	0,870	0,990
taux d'épuration	k	0,895	0,530	0,290	0,215

Courbe : JA; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne* JAULMES, *modèle A, a une efficacité de 4,4 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 76,5 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{76{,}5}{4{,}4} = 17{,}4$ *cm.*

MODELE B.

DESCRIPTION DU MODÈLE B ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques. Longueur totale de la colonne..... 69 cm.
Longueur utile de la colonne (du 1er au dernier plateau)..... 56 cm.
Diamètre intérieur de la colonne.... 15,5 mm.
8 plateaux constitués chacun par 6 tubes de 8 mm. de long et 2 mm. de diamètre intérieur, et par 1 siphon de 8 cm. de long et 2 mm. de diamètre interne, évasé en entonnoir au sommet et légèrement coudé à la base.
Espace entre 2 plateaux..... 7 cm.
Le montage reste toujours identique.

Fig. 25 : Mod. B. Coupe en grandeur nature.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 18 gr. 20 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,641	0,985
eau suspendue	p	7,20	10,80

$p = 10{,}80\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 2\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 12{,}80\ cm^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 14 gr. 60 par minute) :

taux de reflux	t	0,648	0,845	0,985
taux d'épuration	k	0,507	0,355	0,266

Courbe : JB; Réseau V.

4° **Conclusion** — *La colonne* JAULMES, *modèle B, a une efficacité de 3,8 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 56 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{56}{3,8} = 14,7$ *cm.*

MODELE C.

DESCRIPTION DU MODÈLE C ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques.

Longueur totale de la colonne	80	cm.
Longueur utile de la colonne (du 1er au dernier plateau)	65	cm.
Diamètre intérieur de la colonne	14	mm.
10 plateaux constitués chacun par 6 tubes de verre de 7 mm. de long et de 1,5 mm. de diamètre intérieur, et par 1 siphon de 8 cm. de long et 1,5 mm. de diamètre intérieur, évasé en entonnoir au sommet et légèrement coudé à la base.		
Ecart entre 2 plateaux	65	mm.
Le montage reste toujours identique.		

RÉSULTATS DES MESURES.

Par suite de l'amorçage très difficile des siphons, étant donné la trop grande résistance offerte par la colonne à la vapeur, le modèle C n'a pu être soumis à une épreuve permettant d'établir son efficacité.

MODELE D.

DESCRIPTION DU MODÈLE D ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques.

Longueur totale de la colonne	58	cm.

Longueur utile de la colonne (du 1er au dernier plateau)..... 33 cm.
Diamètre intérieur de la colonne..... 15,5 cm.
6 plateaux constitués chacun par 6 tubes de 7 mm. de long et 2 mm. de diamètre intérieur, et par un siphon de 8 cm. de long et 2 mm. de diamètre intérieur, évasé en entonnoir au sommet et légèrement coudé à la base. Une épaisseur de 35 mm. de billes de verre recouvre chaque plateau.
Espace entre 2 plateaux..... 5,5 cm.
Le montage reste identique.

RÉSULTATS DES MESURES.

Comme le modèle C, le modèle D offre trop de résistance au passage de la vapeur ascendante. L'amorçage des siphons est d'une extrême difficulté. Toute épreuve de distillation est rendue impossible.

DISCUSSION DES RESULTATS

Voici dans le tableau ci-dessous, rapportés, les résultats concernant les modèles de colonne JAULMES.

TABLEAU X. — *Colonne* JAULMES *et ses variantes*

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.

Modèles	Vitesses en gr. par minute		Volume liquide retenu dans la colonne par 1 plateau théorique sous reflux maximum			Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	Maxima	de fonctionnement	Eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale	
A	17,25	15,10	2,52	0,68	3,20	17,40
B	18,20	14,60	2,84	0,53	3,37	14,70
C	Trop résistants					
D						

Les deux modèles qui ont fonctionné, se sont révélés moins efficaces que la colonne de DUPONT et la colonne de CHARLES.

L'efficacité du barbotage sur chaque plateau est égale environ à 0,48, mais chaque plateau effectif ne contenant que 1,60 cm^3 environ de liquide, ce chiffre se raccorde bien avec l'efficacité du barbotage de la vapeur dans 1,60 cm^3 seulement de liquide, efficacité obtenue par extrapolation d'une courbe d'efficacité de barbotage de la vapeur d'eau indiquée par M. JAULMES [16].

Les colonnes ont une efficacité en quelque sorte normale, et des travaux ont été commencés, pour rechercher un dispositif de plateau, permettant un meilleur barbotage de la vapeur dans le liquide qui y est contenu, tout en assurant un reflux régulier et stable dans le siphon. Les recherches à peine commencées sont très loin d'être terminées.

CHAPITRE IV

COLONNES A POINTES

Colonne de Vigreux

Fig. 26 : Modèle Vigreux Coupe en grandeur nature.

GÉNÉRALITÉS SUR LA COLONNE DE VIGREUX.

C'est en 1904 que VIGREUX [17] décrivit la construction de sa colonne à rectifier. Des pointes sont soufflées dans l'épaisseur du verre vers l'intérieur. Elles sont disposées d'une façon spéciale, de manière à réaliser des sortes de plateaux retenant par tension superficielle quelques gouttes de liquide.

Chaque plateau est constitué par quatre pointes courtes horizontales et disposées à angle droit, constituant un rétrécissement du tube. Ce plateau est arrosé par les gouttes qui tombent de quatre autres pointes plus longues et inclinées vers le bas, qui ramènent vers le centre de la colonne, le liquide ruisselant le long des parois du tube.

Dans le dispositif classique, la colonne de VIGREUX n'est refroidie que par l'air. Il n'y a pas de rétrogradateur au sommet.

EXPERIENCES

DESCRIPTION DE LA COLONNE ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques.

Longueur totale.....	80	cm.
Longueur utile (longueur de la partie de colonne hérissée de pointes à l'intérieur).....	65	cm.
Diamètre intérieur de la colonne..	22	mm.

Nombre de pointes..... 184
Nombre de pointes pour une hauteur de 1 cm..... 2,83

Le montage reste identique (voir schéma de l'appareil, page 26).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 19 gr. 40 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux t 0,985
eau suspendue p 17,75
$p = 17{,}75\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 2\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 19{,}75\ cm^3$.

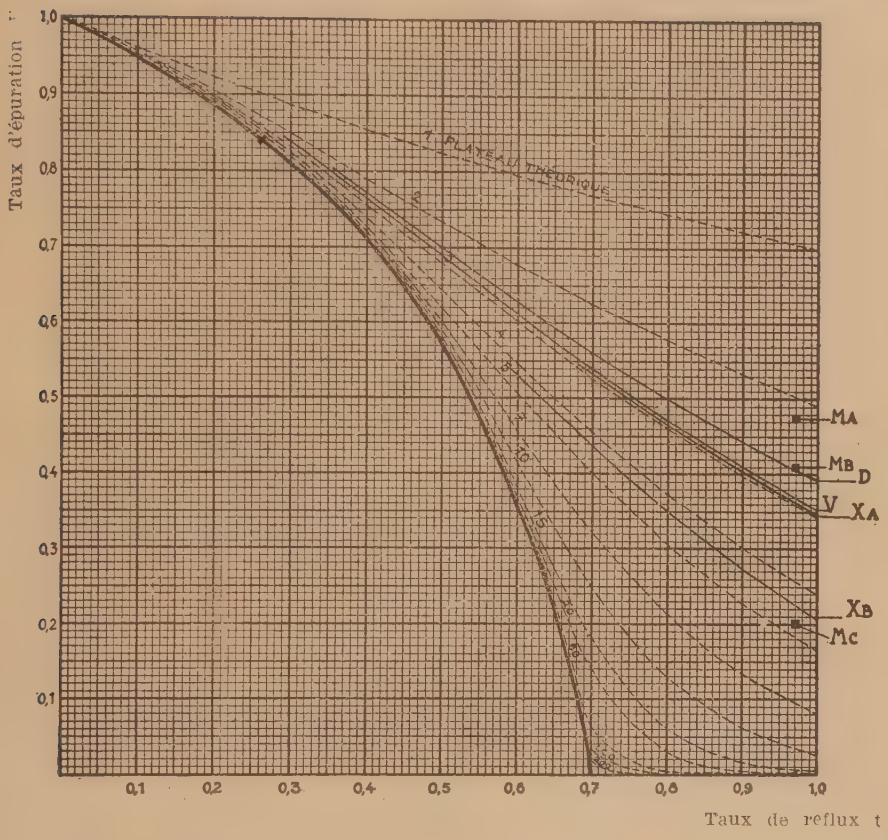
3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 19 gr. par minute) :

taux de reflux	t	0,150	0,316	0,556	0,975
taux d'épuration	k	0,935	0,823	0,648	0,365

Courbe : V; Réseau VI.

4° **Conclusion** — *La colonne de* VIGREUX, *que nous avons étudiée, a une efficacité de 2,9 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 65 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de*

$$\frac{65}{2{,}9} = 22{,}4\ cm.$$



Réseau VI

Colonnes à pointes :

Colonne de *Vigreux V.*

Colonnes à matériel de remplissage proprement dit :

Colonnes à hélices Moritz non jointives MA, MB, MC
Colonnes à perles de porcelaine vernissée XA, XB

Colonne à pointes et à matériel de remplissage proprement dit :
Colonne mixte D

DISCUSSION DES RESULTATS

La colonne de VIGREUX que nous avons étudiée a donc une efficacité intéressante, du même ordre de grandeur que celle du mo-

dèle Podbielniak E vertical; mais elle est plus poreuse (1) que la colonne de ce type. Toutefois, elle retient davantage de liquide par plateau théorique. Cette colonne a d'autre part l'avantage d'être entièrement en verre, légère, peu fragile, et très facile à construire.

Elle présente donc au point de vue pratique de grands avantages, tout en ayant une efficacité honorable.

(1) Par porosité, nous entendons la faible résistance de la colonne au passage de la vapeur; la porosité est traduite par la vitesse maxima de fonctionnement (en gr. par minute).

CHAPITRE V

COLONNES A MATERIEL DE REMPLISSAGE PROPREMENT DIT

Les colonnes à matériel de remplissage sont depuis très longtemps utilisées dans l'industrie, pour assurer un excellent contact entre les phases gazeuses et liquides; elles permettent un lavage méthodique du liquide par le gaz. Depuis longtemps, on a utilisé ces modèles pour la rectification des vapeurs. On a essayé un nombre extrêmement grand de divers types de matériel de remplissage. Nous trouvons dans un excellent article de M. KALTENBACH [18] une intéressante discussion sur l'efficacité relative de ces différents matériaux dans leur utilisation pour le lavage des gaz. On trouvera ci-après, dressé dans le tableau XI, un extrait de l'œuvre de cet auteur relative à ces matériaux de remplissage.

De nombreux expérimentateurs ont publié des travaux exposant l'essai des colonnes, utilisant de tels matériaux de remplissage. Nous n'essayerons même pas d'en faire la revue, étant donnée la très grande variabilité des méthodes d'essai qui ont été utilisées.

Nous ne signalerons que la publication de M. JAULMES [6] des résultats de l'essai, suivant sa méthode, de billes de verre, de fragments de tubes, de perles de verre, placés dans un manchon de 24 mm. de diamètre. C'est ainsi qu'il a fallu 24 cm. de billes de

TABLEAU XI. — *Remplissages divers rapportés par* KALTENBACH [18]

Remplissage divers				Volume par M. c.		
Nature	Dimensions	Nombre au m3	Surface totale de contact	Volume propre	Volume libre	Poids au M. c.
Anneaux Raschig grès	50/50 ép.4 m/m	6.700	Mq. 109.50	en dmc. 200	en dmc. 800	520 k.
Anneaux Raschig porcelaine	25/25 ép.2 m/m	52.000	220	156	844	570 k.
Anneaux Raschig tôle	25/25 ép.8 m/m	52.000	220	92	908	630 k.
Bague Kestner grès	∅ 30/4	234.000	270	210	790	530 k.
Spirales Moritz ouvertes	25/25	275.000	290	80	920	615 k.

9 à 10 mm. de diamètre pour obtenir un plateau théorique; au contraire 10 cm. de hauteur de perles de verre de 7 mm. de diamètre ont équivalu à un plateau théorique. Les fragments de tubes de 8 mm. de diamètre, 12 à 15 mm. de long, placés dans un tube de 25 mm. de diamètre intérieur, ont donné un plateau théorique pour une hauteur de 20 cm. environ.

Afin de comparer ces matériaux de remplissage à d'autres réputés plus actifs, nous en avons essayé trois nouveaux, pour compléter le travail de M. JAULMES ci-dessus rappelé.

I. — Remplissage par des hélices Moritz non jointives

EXPERIENCES

MODELE A.

DESCRIPTION DU MODÈLE A ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques.

Longueur utile de la colonne..... 44 cm.
Diamètre intérieur de la colonne..... 35,5 mm.

Fig. 27 : Hélice Moritz Coupe en grandeur nature.

Hélices de fil de cuivre de 1 mm. de diamètre enroulées sur un axe de 3 mm. en tronçons de 1 cm.; 1 mm. d'écart entre 2 spires. } 1.766 hélices soit 710. gr.

Le montage est toujours identique à celui des modèles de colonnes précédents (voir schéma de l'appareil, page 26).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 13 gr. 60 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,975
eau suspendue	p	21,42

$p = 21{,}42 \text{ cm}^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 14{,}9 \text{ cm}^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 36{,}32 \text{ cm}^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 11 gr. 65 par minute) :

taux de reflux	t	0,970
taux d'épuration	k	0,473

Courbe : MA; Réseau VI.

4° **Conclusion** — *Le modèle A (hélices* MORITZ *non jointives) a une efficacité de 2,2 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 44 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{44}{2{,}2} = 20$ *cm. et utilise 848 hélices* MORITZ.

MODELE B.

DESCRIPTION DU MODÈLE B ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques.

Longueur utile de la colonne	113 cm.
Diamètre intérieur de la colonne	25 mm.
Hélices de fil de cuivre, de 1 mm. de diamètre enroulées sur un axe de 3 mm. en tronçons de 1 cm.; 1 mm. d'écart entre 2 spires.	2.300 hélices soit 925 gr.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 14 gr. 80 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,970
eau suspendue	p	5,30

$p = 5{,}30\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 19{,}50\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 24{,}80\ cm^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 14 gr. 30 par minute) :

taux de reflux	t	0,970
taux d'épuration	k	0,410

Courbe : MB; Réseau VI.

4° **Conclusion** — *Le modèle B (hélices* MORITZ *non jointives) a une efficacité de 2,6 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant

de 113 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{113}{2,6} = 43,4$ *cm.* et *utilise 884 hélices* MORITZ.

MODELE C.

DESCRIPTION DU MODÈLE C ET DE SON MONTAGE.

Caractéristiques.

Longueur utile de la colonne	120 cm.
Diamètre intérieur de la colonne	15 mm.
Hélices en fil de cuivre de 1 mm. de diamètre, enroulées sur un axe de 3 mm. en tronçons de 1 cm.; 1 mm. d'écart entre 2 spires.	704 hélices soit 283 gr.

Le montage est identique à celui des modèles précédents.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 17 gr. par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,970
eau suspendue	p	8,10

$p = 8,10$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 5,95$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 14,05$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 14 gr. 30 par minute) :

taux de reflux	t	0,970
taux d'épuration	k	0,200

Courbe : Mc; Réseau VI.

4° **Conclusion** — *Le modèle C (hélices* Moritz *non jointives) a une efficacité de 4,8 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 120 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{120}{4,8} = 25$ *cm.* et *utilise 704 hélices* Moritz.

DISCUSSION DES RESULTATS

Aucun des trois modèles construits ne présente une efficacité vraiment intéressante. Ils sont loin de valoir les modèles du type Podbielniak, tout en présentant un volume liquide fixé sur le matériel de remplissage beaucoup plus considérable. Cette constatation confirme pleinement l'opinion de l'auteur précité.

Nous tenons à remarquer que les vitesses maxima d'utilisation de ces modèles sont probablement bien supérieures en réalité à ce que nous indiquons. L'engorgement que nous avons constaté dans nos expériences était dû certainement, soit au raccord avec le tube d'amenée de vapeur, soit au dispositif de maintient du matériel (panier en toile métallique).

Nous donnons ci-dessous, dressés dans le tableau XII, les résultats obtenus avec ces trois modèles.

TABLEAU XII. — *Colonnes à hélices* Moritz
Résultats expérimentaux.

Colonnes Hélices Moritz	Vitesses en gr. par minute		Volume liquide retenu dans la colonne par 1 plateau théorique sous reflux maximum			Nombre d'hélices pour 1 plateau théorique	Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	Maxima	de fonctionnement	Eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale		
A	13,60	11,65	9,73	6,77	18,50	848	20
B	14,80	14,30	2,04	7,50	9,54	884	43,4
C	17,00	14,30	1,69	1,24	2,93	704	25

II. — Remplissage par des perles de porcelaine vernissées (petits anneaux de Raschig)

On connaît la haute efficacité des anneaux de Raschig dans leur emploi dans les colonnes à laver les gaz. Ces anneaux sont de petits cylindres de poterie ou de verre, dont le diamètre est égal à la hauteur, de façon à ce qu'ils se disposent d'une manière tout à fait quelconque, lorsqu'on les projette dans un manchon.

La difficulté était de se procurer de pareils anneaux de petites dimensions en quantité suffisante. Il eut été fastidieux et très difficile de les obtenir par section de tubes de verre. Aussi avons-nous eu l'idée de nous en procurer chez les fabricants de couronnes mortuaires, où nous avons trouvé un assortiment de ce matériel de remplissage, confectionné en porcelaine vernissée.

EXPERIENCES

MODELE X_A

Description du modèle X_A et de son montage.

Fig. 28 : Perle A. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur totale de la colonne.....	65	cm.
Longueur utile de la colonne.....	51	cm.
Diamètre intérieur de la colonne..	21	mm.

Perles cylindriques en porcelaine vernissée :

Hauteur.....	5 mm.	535 soit 180 gr.
Diamètre extérieur.....	7 mm.	
Diamètre intérieur.....	3 mm.	
Poids unitaire.....	336 mgr.	

Le montage reste toujours identique (voir schéma de l'appareil. page 26).

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 13 gr. 40 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,690	0,930	0,980
eau suspendue	p	9,40	14,45	18,45

$p = 18{,}45\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 10\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 28{,}45\ cm^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 12 gr. 70 par minute) :

taux de reflux	t	0,680	0,930	0,980
taux d'épuration	k	0,545	0,385	0,356

Courbe : X_A; Réseau VI.

4° **Conclusion** — *Le modèle X_A (perles en porcelaine vernissée) a une efficacité de 3 plateaux théoriques.* Sa longueur étant de 51 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{51}{3} = 17$ *cm.* et *utilise 178 perles.*

MODELE X_B

DESCRIPTION DU MODÈLE X_B ET DE SON MONTAGE.

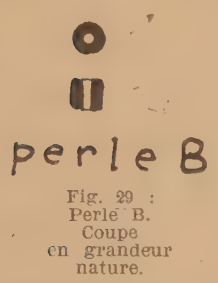


Fig. 29 : Perle B. Coupe en grandeur nature.

Caractéristiques.

Longueur totale de la colonne.....	65	cm.
Longueur utile de la colonne.....	51	cm.
Diamètre intérieur de la colonne..	21	mm.

Perles cylindriques en porcelaine vernissée :

Hauteur.....	4 mm.	2.068 soit 180 gr.
Diamètre extérieur.....	4 mm.	
Diamètre intérieur.....	1,6 mm.	
Poids unitaire.....	87,4 mgr.	

Le montage reste identique.

RÉSULTATS DES MESURES.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 12 gr. 30 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,720	0,930	0,980
eau suspendue	p	20,65	22,80	24,90

$p = 24{,}90\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 10\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 34{,}90\ cm^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 19 gr. 80 par minute) :

taux de reflux	t	0.700	0,706	0,978
taux d'épuration	k	0,438	0,436	0,224

Courbe : X_B; Réseau VI.

4° **Conclusion** — *Le modèle* X_B *(perles en porcelaine vernissée) a une efficacité de 4,3 plataux théoriques.* Sa longueur utile étant de 51 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{51}{4,3} = 11,9$ *cm. et utilise 480 perles.*

DISCUSSION DES RESULTATS

Des deux modèles X_A et X_B nous retiendrons surtout le modèle X_B pour sa grande efficacité (hauteur d'un plateau théorique 11,9 cm.). Ce modèle se classe très honorablement dans la série des colonnes étudiées jusqu'ici.

Toutefois, ces colonnes ont l'inconvénient de retenir un important volume de liquide.

Voici, dressés dans le tableau XIII ci-dessous, les résultats intéressant ces deux modèles :

TABLEAU XIII. — *Colonnes à perles de porcelaine vernissée*

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.

Colonnes à perles de porcelaine vernissée	Vitesses en gr. par minute		Volume liquide retenu dans la colonne par 1 plateau théorique sous reflux maximum			Nombre de perles pour 1 plateau théorique	Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	Maximale	de fonctionnement	eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale		
X_A grosses perles	13,40	12,70	6,15	3,33	9,48	178	17
X_B petites perles	12,30	10,80	5,80	2,32	8,12	480	11,9

CHAPITRE VI

COLONNE A POINTES DE VERRE ET A MATERIEL DE REMPLISSAGE PROPREMENT DIT

Colonne Mixte

Le modèle que nous avons étudié nous a été généreusement prêté par M. le Professeur Mousseron. Cet appareil lui avait été remis par M. Desseigne, du Laboratoire central des Industries chimiques, pendant son séjour à Montpellier. Ce modèle diffère quelque peu de celui qui a été décrit par M. Desseigne dans son mémoire de 1937 [19]. L'appareil décrit dans ce mémoire est constitué par un empilement de godets de verre, percés de 7 trous calibrés de 1,7 mm., avec siphon laissant 10 mm. de liquide dans chaque plateau. Chaque plateau est distant du précédent de 50 mm. Il nous a été impossible de nous procurer cette colonne, ni de la faire construire et à plus forte raison de la construire nous-même. D'ailleurs elle est fort voisine de la colonne Charles avec seulement un nombre de trous différent, une équidistance des plateaux plus grande et un siphon droit au lieu d'un siphon courbe. Ce modèle présente l'avantage particulier d'être établi exclusivement en verre.

La colonne, que nous avons expérimentée, a été fabriquée par le souffleur du Service des Industries chimiques et sur les indications du personnel technique de ce Service (1). La partie efficace est constituée par un ensemble de plateaux, eux-mêmes formés par huit pointes soutenant un paquet de tronçons de tubes de verre plus longs que larges, disposés au hasard.

En somme cette colonne mixte dérive à la fois de la colonne à pointes (colonne de Vigreux) et de la colonne à matériel de remplissage. C'est en même temps, mais de plus loin, une colonne à plateaux. Chaque plateau, comme nous le disions plus haut, est en effet constitué par une couronne de huit pointes internes et légèrement dirigées en oblique vers le bas de la colonne; ces pointes servent de support à une couche de tronçons de tubes de verre cylindriques.

(1) C'est un des nombreux modèles utilisés dans cet important Service. Aucun de ces nouveaux modèles n'a été publié, et les difficultés des communications inter-zones nous ont empêché de connaître la plupart d'entre eux.

EXPERIENCES

Description de la colonne mixte et de son montage.

Fig. 30 :
Colonne mixte
Coupe en grandeur nature

Caractéristiques.

Longueur totale.....	80	cm.
Longueur utile (du 1er au dernier plateau).....	60	cm.
Diamètre intérieur.....	32	mm.
Nombre de plateaux.....	12	
Ecart entre 2 plateaux.....	5	cm.

Caractéristiques de chaque plateau : 8 pointes internes sur un même plan supportant une couche de 3 cm. de hauteur de tronçons de tubes de verre de 7 mm. de diamètre extérieur, 4 mm. de diamètre intérieur et 8 à 10 mm. de long environ.

Contrairement aux modèles jusqu'ici étudiés, la colonne mixte est solidaire d'une tête de colonne comportant un diviseur de reflux à un seul robinet (1) et un rétrogradateur. Le montage, compte tenu de ces variantes, reste identique (voir schéma de l'appareil, page 26).

Résultats des mesures.

1° Vitesse maxima de fonctionnement 30 gr. par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

(1) Ces diviseurs de débit à un seul robinet, bien connus d'ailleurs, car utilisés dans l'industrie, utilisés également dans la colonne de *Charles*, ont l'inconvénient sur le diviseur de débit à 2 robinets, de

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,978
eau suspendue	p	18

$p = 18\ cm^3$.

b) Eau de capillarité :

$q = 7\ cm^3$.

c) Eau totale :

$p + q = 25\ cm^3$.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 29 gr. 30 par minute) :

taux de reflux	t	0,363	0,666	0,955
taux d'efficacité	k	0,802	0,579	0,417

Courbe : D; Réseau VI.

4° **Conclusion** — *Le colonne mixte a une efficacité de 2,6 plateaux théoriques.* Sa longueur utile étant de 60 cm., *un plateau théorique occupe une hauteur de* $\frac{60}{2,6} = 23,1\ cm.$

DISCUSSION DES RESULTATS

La colonne mixte n'a pas une grande efficacité et présente l'inconvénient de retenir un important volume de liquide. Son grand avantage est d'être entièrement construite en verre, ce qui la rend utilisable pour la distillation de produits susceptibles de réagir avec des métaux. De plus, étant très poreuse, sa vitesse de fonctionnement peut être extrêmement grande.

Voici, consignés dans le tableau XIV ci-après, les résultats concernant cette colonne :

---

fournir un reflux dont le taux varie d'une façon directe avec la vitesse de distillation. Celle-ci peut varier facilement dans un appareil de laboratoire.

Le dispositif à 2 robinets de *M. Jaulmes*, quoique un peu plus compliqué, ne présente pas cet inconvénient et permet l'établissement d'un taux de reflux aussi élevé qu'on le désire et parfaitement régulier [6].

Tableau XIV. — Colonne mixte

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.

Colonne mixte	Vitesse en gr. par minute		Volume liquide retenu dans la colonne par 1 plateau théorique sous reflux maximum			Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
	maxima	de fonctionnement	Eau suspendue	Eau de capillarité	Eau totale	
1 seul modèle	30	29,30	6,92	2,69	9,61	23,1

CHAPITRE VII

VERIFICATION DE L'ADDITIVITE DES EFFICACITES DES DIVERSES COLONNES

Après avoir mesuré l'efficacité propre des modèles de colonnes rectificatrices, les plus en usage dans les laboratoires, et partant des données de ces colonnes, après en avoir établi de nouveaux modèles, il nous a paru bon de terminer l'exposé de cette partie expérimentale de notre thèse, par le contrôle de la validité du mode d'expression de l'efficacité des colonnes à plateaux théoriques, en vérifiant l'additivité des efficacités de deux ou plusieurs colonnes de construction différente.

Cette vérification avait en outre un autre but, prouver l'exactitude des mesures d'efficacité réalisées séparément sur des modèles différents.

Nous avons opéré sur trois modèles de colonne répondant à trois types distincts :

Colonne Podbielniak, modèle G : type de colonne à hélice.

Colonne Charles : type de colonne à plateaux.

Colonne à perles de porcelaine vernissée, modèle Xb : type de colonne à matériel de remplissage proprement dit.

Ces trois colonnes ont été disposées bout à bout dans un ordre donné, celui des vitesses de distillations décroissantes, autrement dit des résistances croissantes, la colonne inférieure étant la moins résistante (colonne à perles de porcelaine vernissée modèle XB), la colonne supérieure, la plus résistante (colonne PODBIELNIAK, modèle G).

EXPERIENCES

DESCRIPTION DU MONTAGE.

Le montage est toujours identique, les trois colonnes placées bout à bout dans l'ordre indiqué, trouvent leur place (en C) dans le schéma de l'appareil (voir page 26).

Afin de permettre à la vapeur de gagner facilement le sommet de cet assemblage de colonnes, avec le minimum de condensation latérale, nous en avons calorifugé les deux tiers, en les enfermant dans un coffrage en bois rempli de sciure de liège.

RÉSULTATS DES MESURES.

Rappelons brièvement les principales caractéristiques de ces colonnes :

Tableau XV. — Vérification de l'additivité

	Colonnes	Longueur totale en cm.	Vitesse de fonctionnement (gr. par minute)	Nombre de plateaux théoriques par élément
Haut	PODBIELNIAK G	120	6,09	6,1
Milieu	CHARLES	55	8,50	5,6
Bas	Perles porcelaine X B	65	10,80	4,3
Total		240		16,0

1° Vitesse maxima de fonctionnement 8 gr. 67 par minute.

2° Volume liquide retenu dans la colonne :

a) Eau suspendue :

taux de reflux	t	0,775	0,880
eau suspendue	p	30,65	39,40

$p = 39{,}40$ cm³.

b) Eau de capillarité :

$q = 41$ cm³.

c) Eau totale :

$p + q = 80{,}40$ cm³.

3° Courbe d'efficacité pour la vitesse de distillation immédiatement inférieure à la vitesse maxima (vitesse de fonctionnement 8 gr. 30 par minute) :

taux de reflux	t	0,676	0,774	0,880	0,972
taux d'épuration	k	0,228	0,091	0,022	0,0043

4° **Conclusion** — En se rapportant au Réseau I de courbes théoriques, on constate que les points figuratifs déterminés ci-dessus, se répartissent le long de la courbe à 15 plateaux théoriques. L'efficacité de l'assemblage est donc de 15 plateaux théoriques.

Ainsi, au lieu de 16, nous trouvons 15 plateaux théoriques. Aux erreurs près de l'expérience, on vérifie qu'il y a bien additivité des efficacités, lorsqu'on superpose plusieurs colonnes rectificatrices. De plus, le procédé de M. Jaulmes pour déterminer l'efficacité des colonnes, se vérifie par lui-même au cours de cette dernière expérience, que nous jugeons capitale par sa portée.

Il y a toutefois une *légère tendance* à la diminution de l'efficacité des colonnes rectificatrices, lorsqu'on les ajoute l'une à l'autre. M. Jaulmes [6] avait constaté de son côté, qu'en ajoutant deux colonnes de 4 plateaux théoriques chacune, on obtenait une colonne de 7 plateaux théoriques. Il est possible d'ailleurs que cette légère diminution, que l'on peut pratiquement négliger, soit dûe à des erreurs secondaires dans la mesure des efficacités individuelles, ou bien à la diminution appréciable du contenu liquide de la colonne composite, lors de nos essais, contenu liquide qui est plus faible que la somme des contenus liquides des colonnes constituantes, lors de leur étude individuelle.

RESUME ET CONCLUSIONS

Après avoir rappelé l'utilité considérable des colonnes à distiller dans les laboratoires de chimie, nous avons exposé le procédé de comparaison de ces appareils, indiqué en 1932 par M. JAULMES [9]. Nous avons étudié à l'aide de cette technique, les colonnes les plus efficaces, que l'on utilise actuellement dans les laboratoires. Durant cette étude, nous avons fait varier la construction de plusieurs de ces appareils, dans l'espoir d'arriver à préciser dans quelles conditions on peut réaliser un appareil présentant le maximum d'efficacité possible.

Pour les colonnes à hélice (type PODBIELNIAK [10]) nous avons fait varier le diamètre intérieur du tube, le diamètre du fil de cuivre dont est constituée l'hélice et l'écartement des spires.

Le meilleur modèle (A) a été celui qui, construit avec un tube de 8,2 mm. de diamètre intérieur, contenait une hélice en fil de cuivre de 1,4 mm. de diamètre, à raison de 2 spires par cm.; 18 cm. de hauteur de colonne valent un plateau théorique, avec une bonne porosité, puisque l'on peut distiller à raison de 9 gr. par minute. Un plateau théorique ne retient que 1,6 cm^3 de liquide.

Un peu moins efficace est apparu le modèle G, construit avec le même tube, mais contenant une hélice en fil de cuivre de 2 mm. de diamètre, à raison de 1,47 spires par cm. et la colonne E construite avec un tube de 12 mm. de diamètre intérieur, une hélice en fil de cuivre de 3,85 mm. de diamètre, à raison de 1,21 spires par cm. Tous les autres modèles se sont révélés beaucoup moins efficaces ou inemployables.

Comme colonne à hélice avec âme interne, nous avons trouvé des modèles plus efficaces que les précédents. Le modèle WIDMER original est intéressant, mais plus efficace encore, est apparu le mo-

dèle P à double hélice de fil de cuivre de 2 mm. de diamètre, enroulée en sens inverse autour d'une âme de 13 mm. de diamètre, à raison de 1,47 spires par cm. pour chacune des deux hélices. Un plateau théorique n'occupe que 9,5 cm. de hauteur. Le volume liquide obtenu n'est pas très élevé (2,14 cm³ par plateau théorique) et la porosité, un peu plus forte que pour le modèle original de WIDMER (6 gr. 50 par minute). Ce modèle n'avait pas encore été décrit.

L'inclinaison de l'un ou l'autre de ces types de modèles permet d'établir des colonnes plus efficaces, pour un même encombrement en hauteur. C'est ainsi que le modèle P, cité plus haut, incliné à 12° sur l'horizontale (hauteur occupée 26,4 cm.) présente alors une efficacité telle que 4,7 cm. de hauteur suffisent pour avoir un plateau théorique.

Le modèle E sans âme, ou le modèle L à âme non jointive, inclinés de la même façon, donnent chacun un plateau théorique pour une hauteur de 6 cm.

Après avoir étudié les colonnes à hélice d'invention assez récente, nous avons étudié les colonnes à plateaux, un peu plus anciennes, mais de construction et de fonctionnement un peu plus délicats.

La colonne de M. DUPONT nous a vivement intéressé, et elle s'est révélée d'une grande efficacité, les meilleurs modèles de ce type n'occupant qu 9,3 cm. de hauteur, pour un plateau théorique. La porosité de ces appareils est plus grande que celle des précédents (entre 15 et 20 gr. à la minute), mais le volume liquide retenu par plateau théorique est bien supérieur à celui des modèles à hélice.

La colonne à plateaux, construite suivant les données brevetées de M. CHARLES, s'est révélée plus efficace que la précédente (hauteur d'un plateau théorique 6 cm. environ), mais avec une porosité deux fois plus petite et un volume liquide un peu plus élevé.

La colonne à plateaux de M. JAULMES est bien moins efficace que les précédentes, puisqu'il faut 15 cm. pour un plateau théorique, mais elle est aussi poreuse que la colonne de DUPONT et elle retient un volume liquide deux fois plus faible que les précédentes colonnes à plateaux. De plus, elle présente l'avantage d'être cons-

truite uniquement en verre Pyrex, construction impossible pour les deux types précédents.

La colonne de M. VIGREUX, que nous avons étudiée, s'est montrée d'une efficacité honorable (hauteur d'un plateau théorique 22,4 cm.). Ell est très poreuse, mais elle retient un assez grand volume de liquide.

Dans les colonnes à matériel de remplissage proprement dit, nous n'avons pas obtenu la haute efficacité que nous pouvions espérer par l'emploi d'un amas de petites hélices (genre MORITZ), mais nous avons obtenu de bons résultats, avec des anneaux de RASCHIG de petites dimensions (4 × 4 mm.) puisque 11,9 cm. de hauteur équivalent à un plateau théorique. Cette dernière colonne a l'énorme avantage d'être inattaquable par les acides et de présenter une grande facilité de construction à bas prix, avec une porosité très suffisante. Elle a l'inconvénient de retenir beaucoup de liquide (8,12 cm^3 par plateau théorique).

On trouvera ci-après un tableau récapitulatif des meilleurs modèles de colonnes rencontrés au cours de cette étude, avec leurs principales caractéristiques.

Le lecteur nous posera sûrement la question suivante, à laquelle nous allons répondre par avance en résumant ainsi les résultats de notre travail : « Quelle colonne dois-je utiliser pour avoir un appareil puissant ? »

La réponse à cette question primordiale nous paraît être la suivante :

Primo. — Si on ne dispose que d'une quantité faible de liquide, nous utiliserons la colonne à hélice sans âme (type PODBIELNIAK E) dont l'hélice sera construite en cuivre ou en métal monel, si on ne peut la construire en verre. Mais, l'emploi du verre est certainement préférable, tant au point de vue de l'inattaquabilité, que de la conductibilité thermique. On pourra construire sous une faible hauteur des colonnes très puissantes en les inclinant. Cette inclinaison pourra être réalisée d'une façon particulièrement élégante, dans le cas spécial des colonnes entièrement métalliques, en les enroulant en hélice autour d'un cylindre central servant de support.

TABLEAU XVI. — *Tableau récapitulatif des meilleurs modèles de colonnes à distiller*

COLONNES			Porosité (vitesse maxima en gr. par minute)	Volume liquide (eau totale) retenu par 1 plateau théorique sous reflux maximum	Hauteur en cm. de 1 plateau théorique
Types	Modèles	décrit page			
Hélice	A	35	8,93	1,60	18
	G	44	6,27	1,66	19,8
	E	41	7,44	1,04 (eau suspendue seul.)	21,6
	E incliné à 12°	74	6,28	1,53 (eau suspendue seul.)	6
Hélice avec âme interne	W	55	5,50	non déterminée	10,9
	P	64	6,36	2,14	9,5
	P incliné à 12°	81	3,76	2,40 (eau suspendue seul.)	4,7
	L incliné à 12°	77	5,24	1,32 (eau suspendue seul.)	5,7
Dupont	D	93	11,50	5,80	9,3
	I	100	18,60	6,30	9,3
Charles	1 seul modèle	105	9,20	7,83	5,8
Jaulmes	B	113	18,20	3,57	14,7
Perles de porcelaine vernissée	X B	129	12,30	8,12	11,9

Secondo. — Si on dispose d'une très grande quantité de liquide à séparer en ses constituants, nous donnerons d'office, la préférence à la colonne de M. CHARLES, ensuite à la colonne de M. DUPONT. Toutefois, ces deux appareils présentent l'inconvénient de comporter des parties métalliques et d'être d'un prix relativement élevé. Bien souvent, on pourra se contenter de la colonne à petits anneaux de RASCHIG (perles de porcelaine vernissée ou fragments de petits tubes de verre de 4 × 4 mm.) jetés dans un tube de verre de 20 mm. environ de diamètre intérieur. On obtient ainsi très économiquement, et très facilement, des colonnes suffisamment efficaces et inattaquables par les acides. Toutes les autres colonnes se sont révélées moins efficaces.

Nous rappelons, bien que cela n'ait pas été l'objet de notre travail, qu'il importe de placer toujours au sommet de la colonne, un réfrigérant à reflux, suffisant pour condenser toute la vapeur, avec un diviseur de débit, de préférence à deux robinets ou à deux capillaires (type JAULMES [6]), pour régler d'une façon stable le taux de reflux.

Il y a, de plus, un réel intérêt à calorifuger la colonne sur toute sa hauteur. A défaut des jaquettes si perfectionnées de PODBIELNIAK, on pourra utiliser un simple coffrage en bois en deux pièces, rempli de poudre de liège.

Indépendamment de ces conditions pratiques, spéciales à chacune des colonnes étudiées, nous avons constaté expérimentalement que l'efficacité variait assez peu avec la vitesse de distillation et que, contrairement à toute attente, cette efficacité était un peu plus forte pour les grandes vitesses de distillation que pour les distillations lentes. Ce fait est dû au meilleur remplissage liquide de la colonne. Nous avons vérifié de plus que l'efficacité d'une colonne, exprimée en plateaux théoriques par centimètre, était bien une caractéristique de ce genre d'appareil et que, lorsqu'on ajoutait plusieurs colonnes l'une à l'autre, on retrouvait l'efficacité prévue par l'addition des efficacités individuelles. Ce fait montre tout l'intérêt qui s'attache à cette mesure effectuée conformément au principe établi par M. JAULMES [9].

Les efficacités que nous avons établies sont parfaitement applicables, sans modification, aux cas de tous les problèmes de séparation de mélanges contenant une forte proportion d'eau. Il nous

paraît qu'il soit facilement transposable au cas des autres mélanges, compte tenu de la viscosité des liquides et de la densité des vapeurs des constituants du mélange à séparer et de la pression sous laquelle on doit réaliser la distillation.

BIBLIOGRAPHIE

1. O. Miller. — *Bull. Soc. chim. Belg.*, 1939, **48**, p. 490.
2. Robert. — *C. R.*, 1919, **168**, p. 998.
3. Schmitt. — *Publ. scient. techn. Min. Air*, Service des Recherches aéronautiques, 1932, N° 7, p. 7.
4. O. Miller. — *Ibidem*, p. 449.
5. Dufton. — *Philos. Mag.*, 6e s., 1921, **41**, 1, p. 633.
6. Jaulmes. — *Chim. Ind.*, 1935, **33**, p. 1324.
7. O. Miller. — *Ibidem*, p. 448.
8. Jaulmes. — *Th. Doct. Univ.* (*Pharm.*), Montpellier, 1932, Imp. Mari-Lavit, p. 63.
9. Jaulmes. — *Chim. Ind.*, 1935, **33**, pp. 1045-1052.
10. Podbielniak. — *Ind. Eng. chem. Analytic. Edit.*, 1931, **3**, pp. 177 à 188, et 1933, **5**, pp. 117 à 142.
11. Dufton. — *J. Soc. chem. Ind.*, 1919, **38**, 45 T.
12. Crismer. — *Bull. Soc. chim. Belg.*, 1920, **29**, p. 247.
13. Widmer. — *Th.*, Zurich, 1923.
14. Dupont. — *Chim. Ind.*, 1922, **8**, p. 550.
15. Charles. — *Brevet français* n° 691.521, 1929.
16. Jaulmes. — *Bull. Soc. chim.*, 1937, 5e s., **4**, p. 157.
17. Vigreux. — *Bull. Soc. chim.*, 1904, 3e s., **31**, p. 1116.
18. Kaltenbach. — *La mise en contact des Liquides et des Gaz.* Conférence du Centre de perfectionnement technique. Maison de la Chimie, 28, rue Saint-Dominique, Paris.
19. Desseigne. — *Revue de Chimie Industrielle* et *Moniteur Scientifique de Quesneville*, 1937, **46**, p. 298.

TABLE DES MATIERES

AVANT-PROPOS 7

INTRODUCTION 9
Utilité de la distillation fractionnée et avantages des colonnes rectificatrices 9
Efficacité des colonnes 11
Degré de séparation obtenu durant une distillation.. 13
Mesure de l'efficacité d'une colonne en partant des résultats expérimentaux d'une distillation donnée. 14
But de nos recherches 16

CHAPITRE I. — *Méthode de travail* 19
Etablissement du Réseau de courbes théoriques..... 19
Principe de la méthode expérimentale 24
Appareil 25
Marche des expériences et calculs 27

CHAPITRE II. — *Etude des Colonnes à hélice* 31
I. — Colonne à hélice et ses variantes (type *Podbielniak*). 32
Généralités sur la colonne de *Podbielniak* 32
Principe de la colonne 32
Description des modèles originaux de *Podbielniak*.. 32
Variations possibles sur les modèles originaux de *Podbielniak* 34
Expériences 35
Discussion des résultats 51

II — Colonne à hélice avec âme interne et ses variantes... 53
Généralités 53
Principe de la colonne 54
Description du modèle original de *Widmer* 54
Variations possibles de ce type de colonne 54
Expériences 55
Discussion des résultats 65

III. — Etude de l'efficacité en fonction de la vitesse de distillation 67
Généralités 67
Expériences 68
Discussion des résultats 73

IV. — Etude de l'efficacité en fonction de l'inclinaison de la colonne 74
Généralités 74
Expériences 74
Discussion des résultats 82

CHAPITRE III. — *Etude des colonnes à plateaux*..... 85
I. — Colonne de *Dupont* et ses variantes..... 85
Généralités sur la colonne de *Dupont*..... 85
Principe de la colonne..... 85
Variations possibles du modèle de *Dupont*..... 86
Expériences 87
Discussion des résultats..... 101

II. — Colonne de *Charles*..... 105
Généralités sur la colonne de *Charles*..... 105
Principe de la colonne..... 105
Expériences 106
Discussion des résultats..... 109

III. — Colonne *Jaulmes* et ses variantes..... 110
Généralités sur la colonne *Jaulmes*..... 110
Expériences 111
Discussion des résultats..... 115

CHAPITRE IV. — *Colonnes à pointes.* — Colonne de *Vigreux*.... 117
Généralités sur la colonne de *Vigreux*..... 117
Expériences 117
Discussion des résultats..... 119

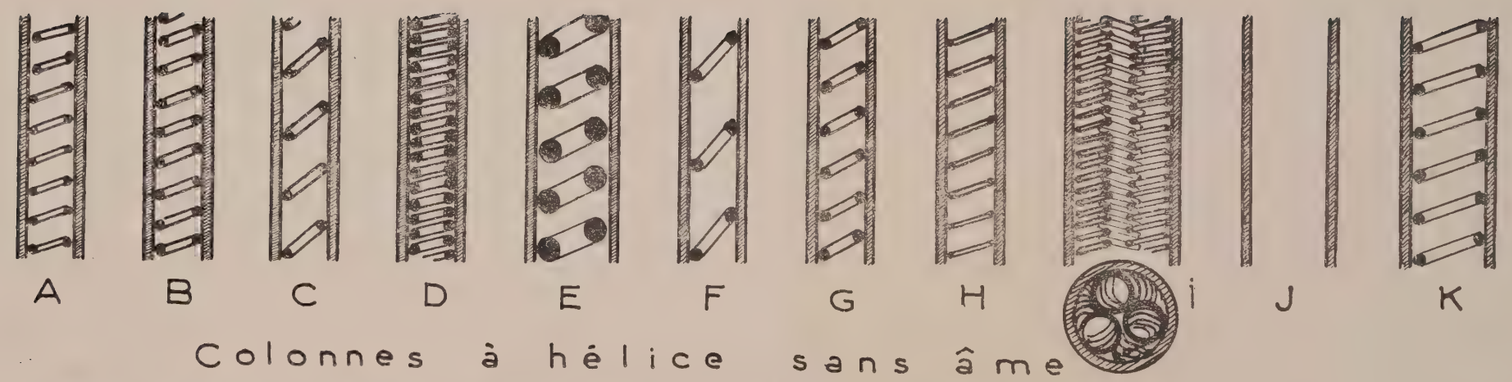
CHAPITRE V. — *Colonnes à Matériel de Remplissage proprement dit* 121
I. — Remplissage par des hélices *Moritz* non jointives.... 122
Expériences 122
Discussion des résultats..... 126
II. — Remplissage par des perles de porcelaine vernissée (petits anneaux de *Raschig*)..... 127
Expériences 127
Discussion des résultats..... 130

CHAPITRE VI. — *Colonne à Pointes et à Matériel de Remplissage proprement dit. — Colonne mixte*..... 131
Expériences 132
Discussion des résultats..... 133

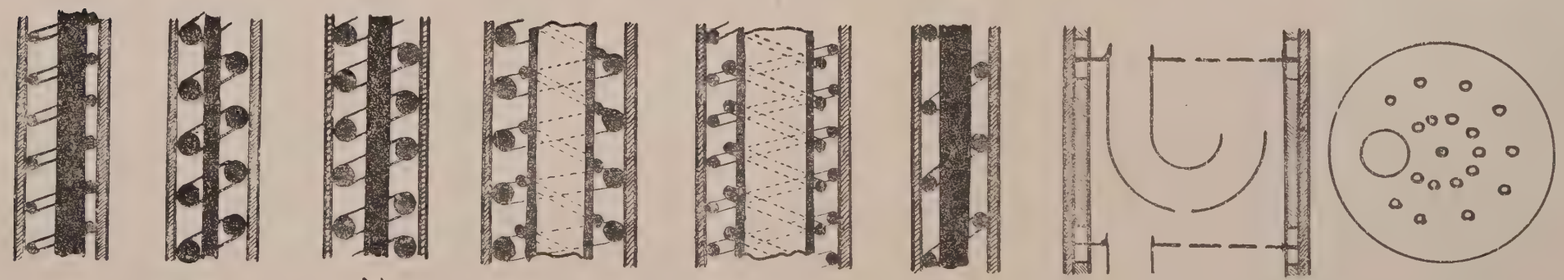
CHAPITRE VII. — *Vérification de l'Additivité des efficacités des diverses colonnes* 135

RÉSUMÉ ET CONCLUSIONS..... 139

BIBLIOGRAPHIE 145



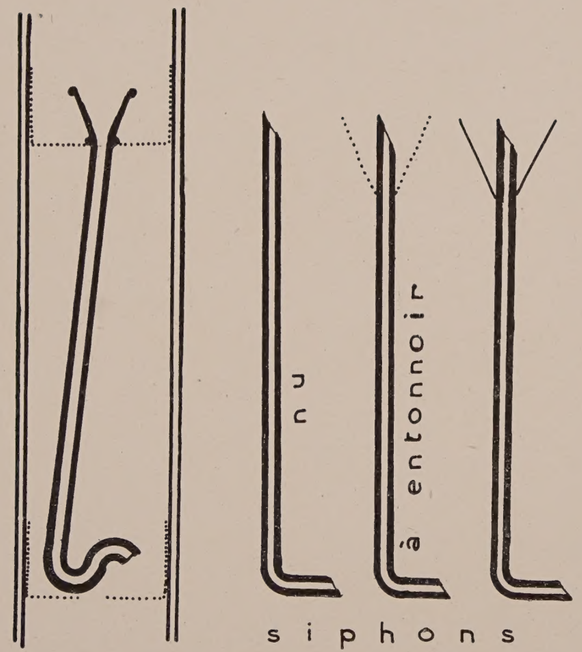
Colonnes à hélice sans âme



colonnes à hélice avec âme

CHARLES

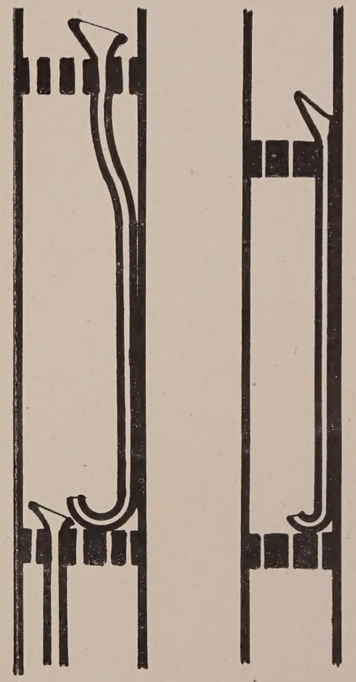
COUPES GRANDEUR NATURE



siphons

DUPONT & variantes

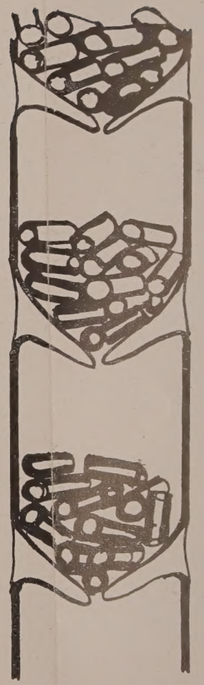
A B,E,H C,D,F G



JAULMES

A B

VIGREUX



COLONNE MIXTE

perle A

perle B

hélice Morits

COUPES GRANDEUR NATURE